(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 103334147 A
(43)申请公布日 2013.10.02

(21)申请号 201310251187.8

(22)申请日 2013.06.24

(71)申请人 沈阳化工大学
地址 110142 辽宁省沈阳市经济技术开发区 11 号

(72)发明人 陈尚东 陈韩

(74)专利代理机构 沈阳技联专利代理有限公司 21205
代理人 张志刚

(51)Int.Cl.
C25D 15/00(2006.01)
C25D 5/18(2006.01)
C23C 18/36(2006.01)
B22F 1/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法

(57)摘要

一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法，涉及一种制备复合镀层的方法，该方法，先用化学镀的方法制取产量高的镍包铝粉固体粉末，然后再调控平均电流密度、镀液温度、占空比、pH 和施镀时间等技术参数进行脉冲复合电镀，最后在紫铜片表面制备出耐高温、耐磨、硬度高、耐腐蚀、并且结合力高的镍包铝粉镀层。为了提高镍包铝粉镀层性能，在反应过程中还利用了缓冲剂(硼酸)，润湿剂(十二烷基硫酸钠)等。制备的镍包铝粉镀层表面较为均匀，致密平整，晶粒细小。同使金属表面得到强化，提高其耐腐蚀性和耐磨性，改进了镀层的物理性能。所以脉冲复合电镀的镀层质量及其性能均优于传统直流电镀，因此它有进一步取代传统直流电镀的趋势。

CN 103334147 A

1. 一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法，其特征在于，所述方法包括以下步骤：

步骤 1：首先用 NaOH 溶液碱洗铝粉去除其氧化膜，将装有铝粉和镀液的容器放入搅拌器中水浴加热并搅拌；采用化学镀法在硫酸镍体系里在铝粉表面镀镍；

步骤 2：对于脉冲电镀的阴阳极材料进行预处理；选用紫铜片作为的阴极材料，用硫酸溶液作为酸洗液；

步骤 3：脉冲电镀镀液的组成具体为：硫酸镍 300.0~333.0g/L，硫酸镁 9.8~14.7g/L，氯化钠 10.0~20.0g/L，硼酸 30.0~40.0g/L，乙二酸 18.0~26.0g/L，配制十二烷基硫酸钠作为湿润剂 0.5~0.8g/l；将上述药品加热溶解，把呈绿色的镀液倒入电镀槽中用搅拌器进行充分搅拌，使镀液中各种成分混合均匀；

步骤 4：用电镀槽，镀液 pH 为 4.7~5.8，阴极联接已处理过的紫铜片，阳极联接镍片，均放入到镀液中，开始计时，将单脉冲电源打开，阴极电流密度为 3A/dm^2，频率为 800Hz，占空比为 2:1，再将步骤 1 中已镀好的镍包铝粉倒入镀液进行搅拌，计时 2~4 小时后将铜片从镀液中取出，即得到镍包铝粉复合镀层。

2. 根据权利要求 1 所述的一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法，其特征在于，所述步骤 1 中化学镀液的组成成分：硫酸镍 250g/l，次亚磷酸钠 90g/l，柠檬酸钠 35 g/l，柠檬酸 9g/l，硫脲 4g/l；镀液的 PH 值 11.0，镀液水浴温度为 88℃。

3. 根据权利要求 1 所述的一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法，其特征在于，所述步骤 2 中用体积分数为 10% 的硫酸溶液作为紫铜片的酸洗液，然后用 10% 的稀硫酸进行化学弱浸蚀。

4. 根据权利要求 1 所述的一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法，其特征在于，所述步骤 3 中脉冲电镀镀液的温度为 40~60℃，磁力搅拌器的搅拌速度为 200~500r/min。

一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种制备复合镀层的方法，特别是涉及一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法。

背景技术

[0002] 脉冲电镀是一种在金属基体表面进行防护或装饰的新型电镀技术，尤其是在航空、电子、汽车等领域已成为核心技术。脉冲电镀不仅能提高镀层的质量，缩短电镀周期，节约能源，而且能节约原料，是当今世界电镀工艺发展的主要方向和优先发展的热点。随着科学技术的发展，对电镀涂层质量提出了更高的要求，从而使脉冲复合电镀快速发展。脉冲复合电镀是用脉冲电镀的方法使金属基体与固体微粒共沉积来获得所需镀层的一种工艺过程，是一种极其具有潜力的金属表面强化技术。具体的工艺参数应根据实际试镀情况进行合理选择。金属材料的防腐已成为全球科学界主要研究方向之一。由于全世界每年因磨损或腐蚀等报废的金属产品量约为其年产量的 30%~35%，应对于这种情况，脉冲复合电镀充分地有优势来发挥其作用。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法。该方法使用价格优廉的紫铜片用脉冲电镀的方法，在其表面制备出耐高温、耐磨、硬度高、耐腐蚀并且结合力高的镍包铝粉镀层，在制备过程中的无污染。

[0004] 本发明的目的是通过以下技术方案实现的：

一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法，所述方法包括以下步骤：

步骤 1：首先用 NaOH 溶液碱洗铝粉去除其氧化膜，将装有铝粉和镀液的容器放入搅拌器中水浴加热并搅拌；采用化学镀法在硫酸镍体系里在铝粉表面镀镍；

步骤 2：对于脉冲电镀的阴阳极材料进行预处理；选用紫铜片作为的阴极材料，用硫酸溶液作为酸洗液；

步骤 3：脉冲电镀镀液的组成具体为：硫酸镍 300.0~333.0g/L，硫酸镁 9.8~14.7g/L，氯化钠 10.0~20.0g/L，硼酸 30.0~40.0g/L，乙二酸 18.0~26.0g/L，配制十二烷基硫酸钠作为湿润剂 0.5~0.8g/l；将上述药品加热溶解，把呈绿色的镀液倒入电镀槽中用搅拌器进行充分搅拌，使镀液中各种成分混合均匀；

步骤 4：用电镀槽，镀液 pH 为 4.7~5.8，阴极联接已处理过的紫铜片，阳极联接镍片，均放入到镀液中，开始计时，将单脉冲电源打开，阴极电流密度为 3A/dm^2，频率为 800Hz，占空比为 2:1，再将步骤 1 中已镀好的镍包铝粉倒入镀液进行搅拌，计时 2~4 小时后将铜片从镀液中取出，即得到镍包铝粉复合镀层。

[0005] 所述的一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法，所述步骤 1 中化学镀液的组成成分：硫酸镍 250g/l，次亚磷酸钠 90g/l，柠檬酸钠 35 g/l，柠檬酸 9g/l，硫脲 4g/l；镀液的 PH 值 11.0，镀液水浴温度为 88℃。

[0006] 所述的一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法，所述步骤 2 中用体积分数为 10% 的硫酸溶液作为紫铜片的酸洗液，然后用 10% 的稀硫酸进行化学弱浸蚀。

[0007] 所述的一种利用脉冲电镀制备镍包铝粉复合镀层的方法，所述步骤 3 中脉冲电镀镀液的温度为 40~60℃，磁力搅拌器的搅拌速度为 200~500r/min。

[0008] 本发明的优点与效果是：

本发明克服以往的直流电沉积方法制备镀层的烧焦、脱皮、针孔或毛刺等缺点，制备的镍包铝粉镀层表面较为均匀，致密平整，晶粒细小。与普通直流电沉积法制备的镀层相比有很多优点，如镀层孔隙率低，使镀层表面光亮致密，能增加镀层的密度，增加硬度，提高其耐腐蚀性和耐磨性，改进了镀层的物理性能。所以脉冲复合电镀的镀层质量及其性能均优于传统直流电镀，因此它有进一步取代传统直流电镀的趋势。复合电镀层孔隙率低、具有高硬度、耐磨性、自润滑性、耐热性、耐蚀性可以在低温和常压下制备，还可以通过改变基质金属和分散微粒方法可获得特殊功能的复合材料。电镀制备复合材料其优点有：制备过程温度低、投资少、复合镀层组成多样化、节省材料等，复合镀是制备复合材料的一个重要方法。

具体实施方式

[0009] 下面结合实施例对本发明进行详细说明。

[0010] 本发明铝粉（13±2μ m）10g 在 85℃左右化学镀生成镍包铝粉，化学镀后的产物镍包铝粉产量特别高，其质量为 39g。在 50~60℃的电镀液中加入镍包铝粉固体颗粒，同时加热并搅拌。阴极为表面处理后的紫铜板，阳极为薄镍片，开始进行电镀。在电镀过程中，阴极上不可避免会生成氢气。氢气的析出不仅会减慢电沉积速率，同时也会使镀层表面出现针孔。所以在镀液中加入少量十二烷基硫酸钠作为润湿剂，从而减少或防止镀层针孔的产生。经过反复试验，从而达到了较为理想的效果。本发明以铝粉为主要原料。铝粉在空气中暴露易氧化，表面生成氧化铝，而在氧化铝表面上不能进行镍的镀覆，所以要先用氢氧化钠除去铝粉颗粒的表面的氧化铝。再控制溶液的 pH，运用化学镀法，制备出的微细铝粉上所镀的镍含量较高，而且磷的含量较低，为下一步实验打下了良好的基础。在脉冲复合电镀过程中，通过控制工艺参数，成功制备出使基件紫铜片在抗磨，耐腐等性能上进一步提高的镍包铝粉镀层。为了提高镍包铝粉镀层性能，在反应过程中还利用了缓冲剂(硼酸)，润湿剂(十二烷基硫酸钠)等。脉冲电镀的条件是阴极电流密度 3A/dm2，施镀时间 2~4 小时，镀液温度 40~60℃，搅拌速度为 200~500r/min。

[0011] 实施例：

步骤一：首先用 NaOH 溶液碱洗粒径为 13±2μ m铝粉去除其氧化膜，将装有铝粉和镀液的烧杯放入恒温磁力搅拌器中水浴加热并搅拌；采用化学镀法在硫酸镍体系里在铝粉表面镀镍，形成的镍包铝粉做下一步复合镀的分散剂；镀得的镍包铝粉外观规则，镀层均匀致密，厚薄适中，镍铝比例符合下阶段脉冲复合镀要求。

[0012] 步骤二：对于脉冲电镀的阴阳极材料进行预处理。选用紫铜片作为的阴极材料，用不同型号的砂纸将其打磨，清洗，用体积分数为 10% 的硫酸溶液作为酸洗液，酸洗时间约 2min，采用 10% 的稀硫酸进行化学弱浸蚀，时间约 0.5min，取出后用蒸馏水冲洗，干燥。阳极材料为纯度为 99.99% 的纯镍，浸入 10% 硫酸溶液约 60s，取出后水洗，丙酮洗，吹干。

[0013] 步骤三：脉冲电镀镀液的组成具体为：硫酸镍 300.0~333.0g/L，硫酸镁

9.8~14.7g/L，氯化钠 10.0~20.0g/L，硼酸 30.0~40.0g/L，乙二酸 18.0~26.0g/L，配制十二烷基硫酸钠作为湿润剂 0.5~0.8g/l。将上述的药品加热溶解，把呈绿色的镀液倒入电镀槽中用集热式恒温加热磁力搅拌器进行充分搅拌，使镀液中各种成分混合均匀。在电镀前，先将镀液加热到规定的温度，加热温度设定为 40~60℃，搅拌速度为 200~500r/min。

[0014] 步骤四：使用 2.5L 烧杯作电镀槽，镀液 pH 为 4.7~5.8。阴极联接已处理过的紫铜片，阳极联接镍片，均放入到镀液中，开始计时，将单脉冲电源打开，阴极电流密度为 3A/dm2，频率为 800Hz，占空比为 2:1。再将步骤一中已镀好的镍包铝粉倒入镀液进行搅拌，计时 2~4 小时后将铜片从镀液中取出，得到镍包铝粉复合镀层。

[0015] 步骤一中化学镀液的组成成分：硫酸镍 250g/l，次亚磷酸钠 90g/l，柠檬酸钠 35g/l，柠檬酸 9g/l，硫脲 4g/l；镀液的 PH 值 11.0，镀液水浴温度为 88℃。

[0016] 通过本项发明对脉冲电镀镍包铝粉镀层的制备，主要有化学镀和脉冲复合电镀两个过程。就化学镀而言，如果镀液 pH 值过高，会容易引起镀液的自发分解，pH 值过高会使镀液中次亚磷酸盐氧化成亚磷酸盐的反应加快，使反应由催化反应转化为自发反应，使镀液很快失效。如果 pH 过低，随着镍 - 磷的沉积，H+ 不断生成，使络合剂的结构和沉积速率受到影响。当温度高于 90℃时，虽然铝粉上镀镍的含量理论上还会增加，但是温度过高会导致镀液不稳定，易于分解，从而又会影响到铝粉镀镍的含量。所以选择适当的 pH 和镀液温度等对化学镀产物的镍含量很重要。

[0017] 在脉冲复合电镀过程中，镍包铝粉作为脉冲电镀镍包铝粉的分散相。在电镀液中，除主盐外，需加入络合剂、稳定剂、导电剂及其它试剂，以保证脉冲电镀的顺利进行。不同占空比、频率、电流密度、镀液 pH 值、镀液温度、镀液中镍包铝粉浓度和搅拌速度等对涂层覆盖率的影响是不同的。综合来看，在合适的工艺参数下，电镀后的镍包铝粉镀层与铜基体的结合良好，没有出现烧焦、裂纹、起泡、脱皮、暗魔、麻点及条纹等缺陷。镍包铝粉镀层的耐磨性明显提高，与普通铜片相比，耐磨性提高 3 倍以上。由此获得优质的镍包铝粉镀层。