

化学镀 Ni-P 合金镀层用光亮剂研究

刘贯军¹,高艳霞²,于肖威¹,闫奇¹,李文冉¹

(1.河南科技学院,河南 新乡 453003;2.新乡市科普中心,河南 新乡 453000)

摘要:考察了电镀镍用中间体 DEP、PME、BSI、VS、PS、PPS-OH 等在化学镀镍中的使用可行性,用正交试验法对其用量进行了优化,并研究了各种中间体用量对化学镀镍层光泽度的影响趋势,最后用 quanta 200 型扫描电镜对使化学镀 Ni-P 合金镀层使用光亮剂前后的表面形貌进行了对比观察与分析,结果表明:电镀所用之光亮剂中间体对提高化学镀层的光泽度同样有效,并且当光亮剂组分含量为 DEP 45 mg/L、PME 15 mg/L、BSI 750 mg/L、VS 30 mg/L、PS 200 mg/L、PPS-OH 400 mg/L、OP-10 10 mg/L 时镀层光亮性最优。

关键词:化学镀镍;光亮剂;正交试验

中图分类号:TQ153

文献标志码:A

文章编号:1008-7516(2012)04-0071-04

Study on brightener for electroless Ni-P plating

Liu Guanjin¹,Gao Yanxia²,Yu Xiaowei¹,Yan Qi¹,Li Wenran¹

(1.Henan Institute of Science and Technology,Xinxiang 453003,China;2.Xinxiang popular science center,Xinxiang 453000,China)

Abstract:The feasibility of intermediate DEP、PME、BSI、VS、PS、PPS-OH applied at Electroless Ni-P Plating, which have applied at electro nickelling,were investigated.Content of the brightener component were optimized by orthogonal test,and their effect on glossiness of electroless Ni-P coating were studied.The surface topography of the Electroless Ni-P coatings both before and after the brightener used were observed.The result shows that the optimal brightness of the electroless Ni-P plating was obtained when content of DEP,PME,BSI,VS,PS,PPS-OH and OP-10 is 45 mg/L,15 mg/L,750 mg/L,30 mg/L,200 mg/L,400 mg/L and 10 mg/L,respectively.

Key words:electroless Ni-P Plating;brightener;orthogonal test

化学镀 Ni-P 合金镀层,由于具有非晶态结构,镀层致密,硬度高,耐蚀性能好等特点而被广泛应用^[1-7]。对于某些零件,不但要求镀层有好的耐蚀性能,还要求有高的光亮度。在化学镀液中添加光亮剂是增高镀层光亮度的有效方法。电镀镍工艺光亮剂的应用和生产已相当普遍^[8],且经过数十年的发展,至今已发展到第四代,第一代镀镍光亮剂以无机金属盐为主体;第二代以 1,4-丁炔二醇和糖精的结合为主;第三代以 1,4-丁炔二醇与环氧化合物做主光剂;第四代以吡啉衍生物和炔胺类衍生物及丙炔醇化合物复配而成^[9]。其中,第四代光亮剂是由各种中间体复配而成,应用于电镀镍工艺已相当成熟,但应用于化学镀镍磷合金的相关研究较少^[8],市场上出售的所谓化学镀镍磷合金用光亮剂效果亦不太好。本文在一定的化学镀镍磷工艺条件下,通过对电镀镍用的第四代光亮剂用中间体进行筛选和优化,旨在探索其应用于化学镀镍磷合金提高表面光亮度的可能性。

1 材料与方法

试验选取的光亮剂组成成分为 DEP(二乙基丙炔胺,光亮剂,强整平剂)、PME(乙氧化丙炔醇,光亮

收稿日期:2012-05-16

基金项目:河南省重点科技攻关项目(112102210023);新乡市重点科技攻关项目(S11004)

作者简介:刘贯军(1963-),男,河南禹州人,博士,教授.主要从事表面工程技术研究。

剂、整平剂)、BSI(邻磺酰苯酰亚胺钠,初级光亮剂、柔软剂)、VS(乙烯基磺酸钠,提高均镀能力改善延展性和光亮性)、PS(炔丙基磺酸钠,光亮剂,整平剂)、PPS-OH(吡啶-2-羟基丙磺酸内盐,次级光亮剂,功能性整平剂)、OP-10(乳化剂和辅助光亮剂,整平剂).化学镀镍所用的基体材料为 A3 冷轧钢板,被裁剪后的试样尺寸为 40 mm×25 mm×1.5 mm.基本化学镀液(成分含量见表 1)呈酸性,pH 值为 4.7~5.2,施镀温度为 85~90 ℃.基材试样在施镀前需进行常规除脂和酸洗活化处理,试样施镀 40 min 后取出,先后经清水冲洗、热风吹干后用 MN60 型光泽度仪测量试样表面光泽度.

表 1 未加光亮剂的基础镀液成分

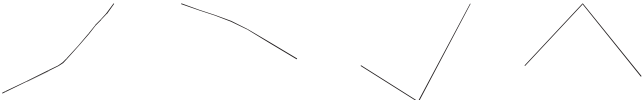
Tab. 1 Composition of base solution no brightener for electroless Ni plating		g/L
组分	含量	
硫酸镍	26.63	
次亚磷酸钠	31.05	
乳酸	17.89	
柠檬酸	8.37	
醋酸	27.89	
醋酸钠	12.11	
硫脲	0.001 273	
碘化钾	0.011 82	
硫酸镉	0.001 318	

试验中有 7 个因素需要优化.为了减化正交试验方案,在充分考察各因素性质、作用和基本用量及前期试验基础上,首先在大致固定 OP-10(15 mg/L)、PS(100 mg/L)和 PPS-OH(200 mg/L)用量基础上对 DEP、PME、BSI 和 VS 四个因素进行四因素三水平($L_9(3^4)$)优化试验.经过一定的试验次数,待该四个因素用量确定后,再对 OP-10、PS 和 PPS-OH 进行三因素二水平($L_4(2^3)$)优化试验.

2 结果与分析

表 2 所示为在保持 OP-10、PS 和 PPS-OH 不变情况下对 DEP、PME、BSI 和 VS 四个种光亮剂中间体所做的四因素三水平($L_9(3^4)$)优化试验方案及结果.

表 2 正交试验方案(1)及结果

Tab. 2 Orthogonal test plan (1) and its test results					
试验号	DEP/(mg/L)	PME/(mg/L)	BSI/(mg/L)	VS/(mg/L)	光泽度 /Gs
1	1(20)	1(15)	1(300)	1(20)	210
2	1(20)	2(20)	2(400)	2(30)	211
3	1(20)	3(25)	3(500)	3(40)	211
4	2(30)	1(15)	2(400)	3(40)	203
5	2(30)	2(20)	3(500)	1(20)	237
6	2(30)	3(25)	1(300)	2(30)	222
7	3(40)	1(15)	3(500)	2(30)	288
8	3(40)	2(20)	1(300)	3(40)	231
9	3(40)	3(25)	2(400)	1(20)	210
均值 1	210.667	233.667	221.000	219.000	
均值 2	220.667	226.333	208.000	240.333	
均值 3	243.000	214.333	245.333	215.000	
均差	32.333	19.334	37.333	25	
各因素效应 曲线					

从表 2 中的效应曲线可清晰的看出,试验条件下,增大 DEP 和 BSI 的用量,减小 PME 的用量对提高化学镀镍层的光泽度有益.通过第一轮优化,虽然此时 VS 已达最佳用量,但其它 3 种中间体的用量并未达到最优值,需要继续优化,接下来在保持 VS 用量不变基础上,将继续分别增大 DEP 和 BSI 的用量,而减少 PME 的用量.这样,又经过另外两轮优化试验后,终于得到其最优值,即 DEP 用量 45 mg/L,PME 用量 15 mg/L,BSI 用量 750 mg/L,VS 用量 30 mg/L,此时,镀层的光泽度值为 298 Gs.

表 3 所示为在以上四因素三水平($L_9(3^4)$)优化试验基础上,采用三因素二水平正交试验法($L_4(2^3)$)对原先被固定用量的 OP-10、PS 和 PPS-OH 的优化试验方案和结果.

表 3 正交试验方案(2)及结果

Tab. 3 Orthogonal test plan (2) and its test results

试验号	OP-10/(mg/L)	PS/(mg/L)	PPS-OH/(mg/L)	光泽度 /Gs
1	1(10)	1(50)	1(150)	260
2	1(10)	2(150)	2(250)	290
3	2(20)	1(50)	2(250)	244
4	2(20)	2(150)	1(150)	270
均值 1	275	252	265	
均值 2	257	280	267	
均差	18	28	2	
各因素效应曲线				

从表 3 的效应曲线看,减小 OP-10 的用量,同时分别增大 PS 和 PPS-OH 的用量对化学镀层的光泽度值增大有益.但在试验条件下,PPS-OH 的用量变化对镀层光泽度影响已不大.以此思路继续通过正交试验对这 3 种中间体的加入量进行优化,直到其效应曲线出现峰值或平缓变化时,即得到其最优值.在经过另外 3 次优化试验后得出所选中间体的最优值分别为 OP-10 用量 10 mg/L,PS 用量 200 mg/L,PPS-OH 用量 400 mg/L,此时,所得化学镀层的光泽度值为 318 Gs.

图 1 和图 2 分别为化学镀液中添加优化过的中间体前后所得化学镀层的扫描电镜照片.从中可以看出,使用最优光亮剂后的镀层表面平整度显著提高.

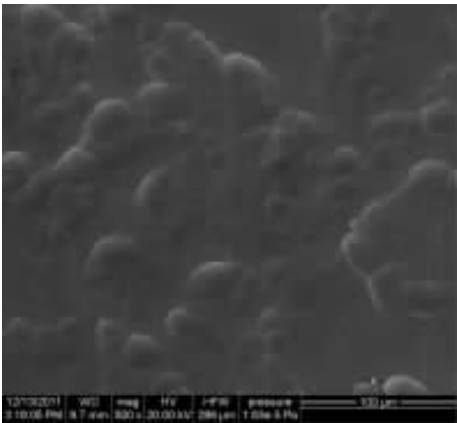


图 1 镀液中未加光亮剂的化学镀层形貌
Fig. 1 Morphology of the electroless Ni plate that no brightener used

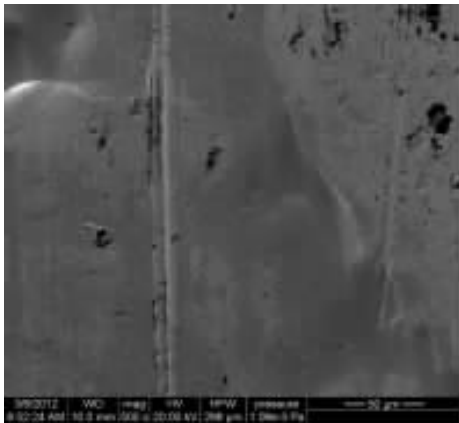


图 2 镀液中使用最优光亮剂后的化学镀层形貌
Fig. 2 Morphology of the electroless Ni plate that brightener used

3 结论

试验表明,电镀镍所用的光亮剂中间体对提高化学镀镍层的光亮度同样有效.通过 7 次正交优化试

验筛选出在文中所述化学镀液中使用的最佳光亮剂配方为: DEP 45 mg/L、PME 15 mg/L、BSI 750 mg/L、VS 30 mg/L、PS 200 mg/L、PPS-OH 400 mg/L、OP-10 10 mg/L.

参考文献:

- [1] Abdel A,Zaki Z I,Abdel H Z.Novel composite coating containing (TiC-Al₂O₃) powder[J].Materials Science Engineering: A, 2007,447(1):87-94.
- [2] Huang Y S,Cui F Z.Effect of complexing agent on the morphology and microstructure of electroless deposited Ni-P alloy[J]. Surface and coatings technology,2007,202(3):5416-5418.
- [3] Alirezai S,Monirvaghefi S M,Salehi M,*et al.*Wear behavior of Ni-P and Ni-P-Al₂O₃ electroless coatings[J].Wear,2007,262(7/8):978-985.
- [4] Balaraju J N,Jahan S M,Rajam K S.Studies on autocatalytic deposition of ternary Ni-W-P alloys using nickel sulphamate bath[J]. Surface and coatings technology,2006,201(3):507-512.
- [5] Gao Y,Zheng Z L,Zhu M,*et al.*Corrosion resistance of electrolessly deposited Ni-P and Ni-W-P alloys with various structures[J]. Materials Science Engineering A,2004,381(1/2):98-103.
- [6] De Lima-Neto P,Da Silva G P,Correia A N.A comparative study of the physicochemical and electrolesschemical properties of Cr and Ni-W-P amorphous electrocoatings[J].Electrochimica Acta,2006,51(23):4928-4933.
- [7] Chen W Y,Tien S K,Wu F B,*et al.*Crystallization behaviors and microhardness of sputtered Ni-P, Ni-P-Cr and Ni-P-W deposits on tool steel[J].Surface and Coatings Technology,2004,182(1):85-91.
- [8] 张天顺,张兆国,张晶秋,等.TL 全光亮化学镀镍磷合金工艺研究[J].电刷镀技术,2003(3):76-79.
- [9] 袁诗璞.谈谈第四代镀镍光亮剂[J].电镀与涂饰,2001,20(4):47-50.

(责任编辑:卢奇)