

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C25D 3/56 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810030583.7

[43] 公开日 2008 年 11 月 26 日

[11] 公开号 CN 101311322A

[22] 申请日 2008.2.2

[21] 申请号 200810030583.7

[71] 申请人 长沙高新技术产业开发区英才科技有限公司

地址 410006 湖南省长沙市岳麓区观沙岭鹭
马路 108 号

[72] 发明人 何凤娇

[74] 专利代理机构 长沙市融智专利事务所
代理人 颜 勇

权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 3 页

[54] 发明名称

一种电镀铁镍合金表面处理工艺及其电镀液

[57] 摘要

本发明公开了一种电镀铁镍合金表面处理工艺及其电镀液。所述的电镀液采用水溶液配制，成分包括硫酸亚铁 100 - 150 克/升、硫酸镍 120 - 200 克/升、硼酸 30 - 60 克/升、糖精 0.5 - 3 克/升、苯亚磺酸钠 0.1 - 0.4 克/升，电镀过程中工件作为阴极，阳极采用 Ti - 氧化物惰性阳极，采用高频开关电源，以 $5 - 10\text{A}/\text{dm}^2$ 的电流密度进行电镀得到铁镍镀膜。通过本发明处理后工件表面镀覆一层含铁 40% - 60% 的铁镍合金镀层，镀层结构为非晶夹杂纳米晶结构，表面平整均匀、结晶细腻。该合金镀层具有耐腐蚀、延展性好、硬度较高等特点。本发明得到的镀膜与镀镍工艺相比具有更加优越的性价比，具有同等使用性能同时大大降低了生产成本，具有极好的经济效益。

1、一种电镀铁镍合金表面处理工艺，其特征在于，所述的电镀液采用水溶液配制，成分包括硫酸亚铁 100-150 克/升、硫酸镍 120-200 克/升、硼酸 30-60 克/升、糖精 0.5-3 克/升、苯亚磺酸钠 0.1-0.4 克/升。电镀过程中工件作为阴极，阳极采用 Ti-氧化物惰性阳极，采用高频开关电源，以 5-10A/dm² 的电流密度进行电镀得到铁镍镀膜。

2、根据权利要求 1 所述的一种电镀铁镍合金表面处理工艺，其特征在于，所得的铁镍合金，铁含量为 40-60%，余量为镍。

3、根据权利要求 1 所述的一种电镀铁镍合金表面处理工艺，其特征在于，Ti-氧化物惰性阳极为由 Ti 基体和被覆其上的铌和钽的氧化物电化学活性层组成的氧化物惰性阳极。

4、根据权利要求 3 所述的一种电镀铁镍合金表面处理工艺，其特征在于，Ti-铌和钽的氧化物惰性阳极的制备为：配制氯铌酸、氯化钽的醇溶液，将其涂覆在纯金属钛的表面，经高温烘烤后即得到由 Ti 基体和被覆其上的铌和钽的氧化物电化学活性层组成的氧化物惰性阳极。

5、一种电镀铁镍合金表面处理工艺所用的不含氯离子的电镀液，其特征在于，所述的电镀液采用水溶液配制，成分包括硫酸亚铁 100-150 克/升、硫酸镍 120-200 克/升、硼酸 30-60 克/升、糖精 0.5-3 克/升、苯亚磺酸钠 0.1-0.4 克/升。

一种电镀铁镍合金表面处理工艺及其电镀液

技术领域

本发明属表面处理技术领域，涉及一种新型的电镀铁镍合金表面处理技术以替代镀镍工艺技术及其所使用的电镀液。

背景技术

镀镍工艺广泛应用于电镀行业的各个方面，用来对金属器件进行防腐、装饰为目的的表面处理。

但由于镍资源属不可再生资源，随着镍消费量的不断增加，供给已严重不足，造成价格飙升。各电镀企业镀镍成本居高不下。电镀企业纷纷寻求节镍、代镍的新工艺。从镀层的性质来看，铁镍合金应为首选的镀种。

六、七十年代，我国电镀业曾进行过大规模的代镍、节镍运动。当时主要是利用我国丰富的锡矿资源，开展了以氰化低锡青铜、氰化高锌铜为底层的代镍工艺研究并迅速在生产上应用。我国的氰化铜锡合金镀液，一度成为世界上数量最多、应用最广的国家。当时最流行的工艺组合是：

铜锡合金→抛光→直接镀铬

全光亮铜锡合金→直接镀铬

铜锡合金→抛光→镀薄镍→镀铬

高锌铜合金→抛光→闪镀黄铜→镀铬

在有色金属价格高企的今天，根据电镀前辈的宝贵经验，结合环保、成本和效率的新要求，努力研发和推广代镍、节镍新工艺。目前，比较成熟的代镍、节镍电镀工艺有：镍铁合金工艺、无氰锡镍代镍工艺、无镍电镀工艺。

其中镍铁合金早在七十年代曾在美国获得一定规模的工业应用。我国在七、八十年代亦颇为流行，主要用于金属家具、铁质手电筒的电镀加工。其特点是：镀层含铁量在 15%-20%之间，节镍效果有限；使用可溶阳极作阳极，溶液组分不易控制，随着镀液使用时间的增加，镀层中含铁量越来越少，低于 10%；另外，如果处理不好，镀层容易生锈。

发明内容

本发明的目的在于提供一种成本低廉，性能优良的代镀镍工艺，即电镀铁镍合金表面处理工艺及所使用的电镀液，可大大地节约镍的使用，提高铁的含量，克服以往电镀工艺技术中铁的含量低，无法提高并使镀层性能稳定的不足。

为实现上述目的，本发明提出一种新型的电镀铁镍合金表面处理技术以替代镀镍工艺。

所述的电镀液采用水溶液配制，成分包括硫酸亚铁 100-150 克/升、硫酸镍 120-200 克/升、硼酸 30-60 克/升、糖精 0.5-3 克/升、苯亚磺酸钠 0.1-0.4 克/升，电镀过程中工件作为阴极，采用高频开关电源，以 5-10A/dm² 的电流密度进行电镀得到铁镍镀膜，采用 Ti-氧化物惰性阳极。

所得的铁镍合金，铁含量为 40-60%，余量为镍。

本发明所述的主盐的补加采取自动补加装置，按时计自动补加，减少人为误差。

Ti-氧化物惰性阳极为由 Ti 基体和被覆其上的铌和钽的氧化物电化学活性层组成的氧化物惰性阳极。

Ti-铌和钽的氧化物惰性阳极的制备为：配制氯铌酸、氯化钽的醇溶液，将其涂覆在纯金属钛的表面，经高温烘烤(80-500℃)后即得到由 Ti 基体和被覆其上的铌和钽的氧化物电化学活性层组成的氧化物惰性阳极。

本发明工艺所用的电镀液，为所述的电镀液采用水溶液配制，成分包括硫酸亚铁 100-150 克/升、硫酸镍 120-200 克/升、硼酸 30-60 克/升、糖精 0.5-3 克/升、苯亚磺酸钠 0.1-0.4 克/升。

本发明的工艺具有以下特点：

- 1) 采用水溶液配制处理溶液
- 2) 主盐采用硫酸亚铁和硫酸镍配制，不含氯离子
- 3) 配方范围硫酸亚铁 100-150 克/升 硫酸镍 120-200 克/升

所述电镀铁镍合金的电镀工艺为：

阳极采用 Ti-氧化物惰性阳极，主盐的补加采取自动补加装置，按时计自动补加，减少人为误差。工件作为阴极，采用高频开关电源，以 5-10A/dm² 的电流密度进行电镀得到铁镍镀膜

本工艺的特点在于：镀液中不含氯离子，电镀过程中不会产生有毒的氯气；阳极采用了 Ti-氧化物惰性阳极，补加采用自动补加装置，溶液组分稳定，镀层致密性好，耐蚀性能较强。镀层含铁量高，能有效节约镍资源。

本发明得到的铁镍合金镀层的优点：

- 1) 含铁量高，镀层含铁量范围在 40%-60%之间，可以根据实际要求进行组分的调整。含铁量高，节镍效果显著。

2) 镀层显微结构为非晶夹杂纳米晶结构。耐腐蚀性能良好，单独的镀层可耐 8 小时中性盐雾。

3) 作为打底层，与其他镀层复合后，对基体材料的保护性能很好（见下表 1）。

镀层显微结构为非晶夹杂纳米结构

镀层组合	相应厚度（微米）	CASS 试验结果
本发明的铁镍层/铬层	20/0.3	15h
本发明的铁镍层/酸铜层/本发明的铁镍层/铬层	5/10/10/0.3	24h
本发明的铁镍层/酸铜/本发明的铁镍层/本发明的铁镍层/铬层	5/10/10/10/0.3	36h

4) 作为打底层，与其他金属之间的结合力好，见图 1。

图 1 为钢铁基体上的 FeNi/Cu 样品的断面形貌，层与层之间无间隙，说明结合力良好。

5) 柔韧性能良好，20 微米的镀膜经过反复对折不断裂

6) 镀层的硬度较高，维氏硬度 450—550 Hv。

本发明的铁镍合金镀层可以作为打底层，与铬层、铜层、钨合金镀层联合使用。如：铁镍/铜/铁镍/铬 复合电镀，半光亮铁镍/光亮铁镍/铬 三层电镀，铁镍/钨合金镀层等。

通过本发明的电镀铁镍合金表面处理工艺所得到的铁镍合金的结构为非晶夹杂纳米晶镀层。该镀层的表面平坦，均匀，结晶细致，颗粒度细小，尺寸上属于纳米晶范围（见图 4：SEM）。从 XRD 图（图 5:XRD）可知，含有非晶成分，

故结构为非晶夹杂纳米晶。图6分别为Ni元素、Fe元素分布。图中可以看到，Ni和Fe元素在镀膜表面均匀分布，不存在成分偏聚现象。得到的铁镍纳米合金镀层没有单纯的金属镍和铁存在，而是以铁镍合金固溶体存在。

由本发明铁镍合金镀层含铁40%-60%，与其它镀种配合使用，并且具有优良的耐蚀性和机械性能，可以作为打底层代替镀镍工艺得到好的应用。

本发明技术得到的镀膜与镀镍工艺相比具有更加优越的性价比，具有同等使用性能同时大大降低了生产成本，具有极好的经济效益。

下面结合附图和具体实施例对本发明作进一步的说明。

附图说明

图1为钢铁基体上的FeNi/Cu样品的断面形貌，层与层之间无间隙，结合力良好。

图2为本发明镀锁具后零件图。

图3为本发明镀老虎钳后零件图

图4镀层的扫描电镜图。表面颗粒度非常细小，甚至看不出明显的晶界，镀层结晶晶粒细小，尺寸上属于纳米晶的范围。

图5镀层X-射线衍射图。XRD,较宽的峰，说明有非晶夹杂

图6镀层的元素分布图。B图为Ni元素面分布，C图为Fe元素面分布。

图中可以看到，Ni和Fe元素在薄膜表面均匀分布，不存在成分偏聚现象。具体

实施方式

以下实施例旨在说明本发明而不是对本发明的进一步限定。

实施例1：

锁具电镀，黄铜基底

工艺路线：除油—清洗—酸洗—清洗—电镀本发明的铁镍合金镀层—清洗—清洗—镀铬。

上述路线中，除油为碱性化学除油；酸洗为稀硫酸，相应工艺条件均可按现有的工艺进行处理。

电镀本发明的铁镍合金镀层时，所述的电镀液采用水溶液配制，成分包括硫酸亚铁 100 克/升、硫酸镍 120 克/升、硼酸 30 克/升、糖精 0.5 克/升、苯亚磺酸钠 0.1 克/升，电镀过程中工件作为阴极，采用高频开关电源，以 $5-10\text{A}/\text{dm}^2$ 的电流密度进行电镀得到铁镍镀膜，采用 Ti-铌和钽的氧化物惰性阳极。

图 2 为经上述工艺处理后的锁具零件照片中盐雾试验 120 小时不出锈。满足生产要求。

实施例 2：

五金工具电镀，45 号钢基体

工艺路线：除油—清洗—酸洗—清洗—电镀本发明的铁镍合金镀层—清洗—镀铬。

上述工艺中除油采取碱性点化学除油；酸洗为稀硫酸清洗，相应工艺条件均可按现有的工艺进行处理。

所述的电镀液采用水溶液配制，成分包括硫酸亚铁 150 克/升、硫酸镍 200 克/升、硼酸 60 克/升、糖精 3 克/升、苯亚磺酸钠 0.4 克/升，电镀过程中工件作为阴极，采用高频开关电源，以 $5-10\text{A}/\text{dm}^2$ 的电流密度进行电镀得到铁镍镀膜，采用 Ti-铌和钽的氧化物惰性阳极。

图 3 为经上述工艺处理后的老虎钳照片。

实施例 3：自救器，20 号钢基体

工艺路线：除油—清洗—酸洗—清洗—电镀本发明的铁镍合金镀层—清洗—镀钨合金。

上述工艺中除油采取碱性点化学除油；酸洗为稀硫酸清洗，相应工艺条件均可按现有的工艺进行处理。

所述的电镀液采用水溶液配制，成分包括硫酸亚铁 120 克/升、硫酸镍 150 克/升、硼酸 40 克/升、糖精 2 克/升、苯亚磺酸钠 0.3 克/升，电镀过程中工件作为阴极，采用高频开关电源，以 $5-10\text{A}/\text{dm}^2$ 的电流密度进行电镀得到铁镍镀膜，采用 Ti-铌和钽的氧化物惰性阳极。

实施例 4：铝轮毂，铝合金基体

工艺路线：除油—清洗—酸洗—清洗—电镀本发明的铁镍合金镀层—镀铜—电镀本发明的铁镍合金镀层—清洗—镀铬。

上述路线中，除油为碱性化学除油；酸洗为硝酸、磷酸、氢氟酸的混酸溶液，相应工艺条件均可按现有的工艺进行处理。

电镀本发明的铁镍合金镀层时，所述的电镀液采用水溶液配制，成分包括硫酸亚铁 110 克/升、硫酸镍 140 克/升、硼酸 50 克/升、糖精 0.5 克/升、苯亚磺酸钠 0.1 克/升，电镀过程中工件作为阴极，采用高频开关电源，以 $5-10\text{A}/\text{dm}^2$ 的电流密度进行电镀得到铁镍镀膜，采用 Ti-铌和钽的氧化物惰性阳极。



图 1

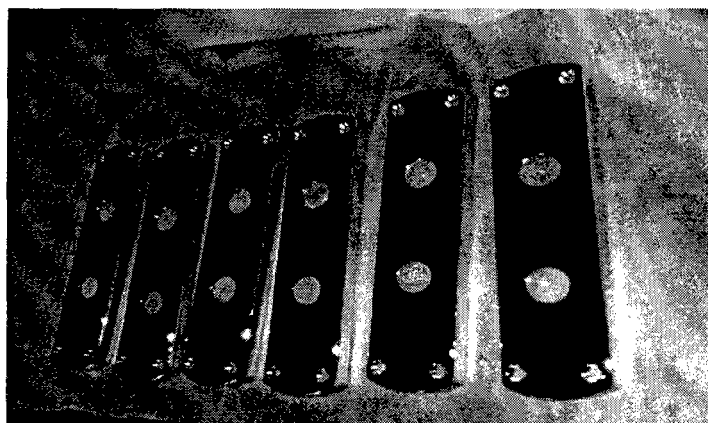


图 2

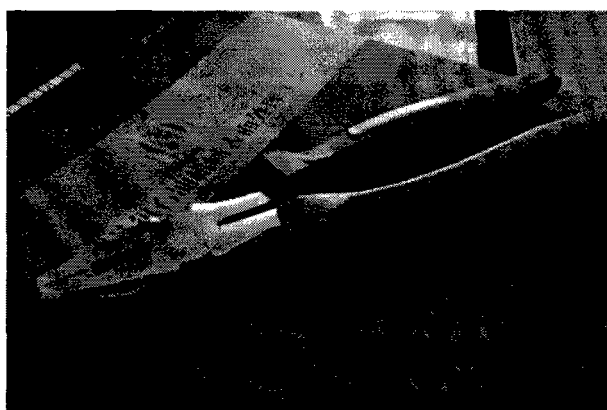


图 3

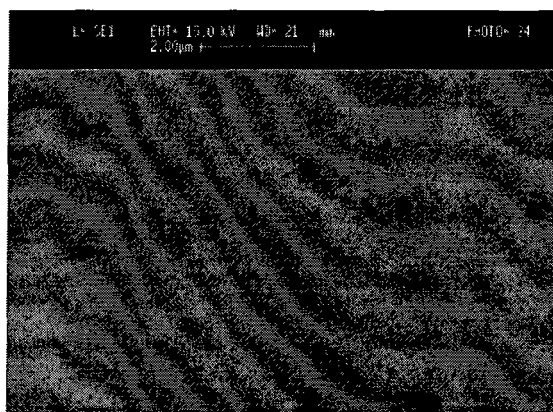


图 4

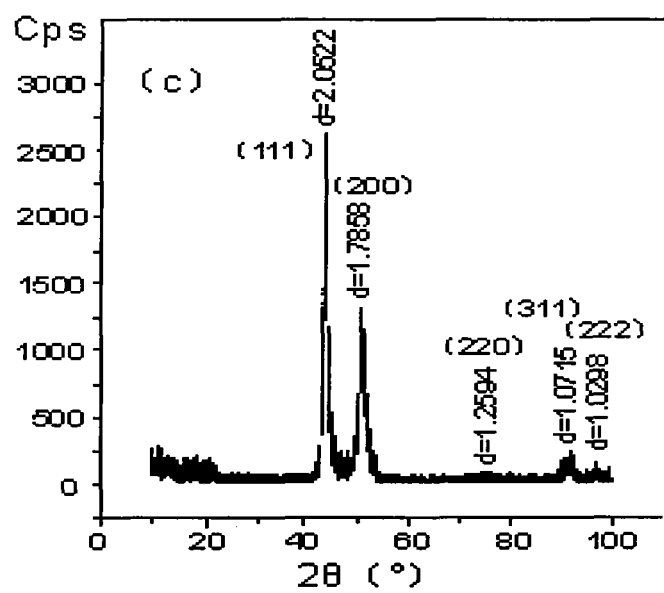


图 5

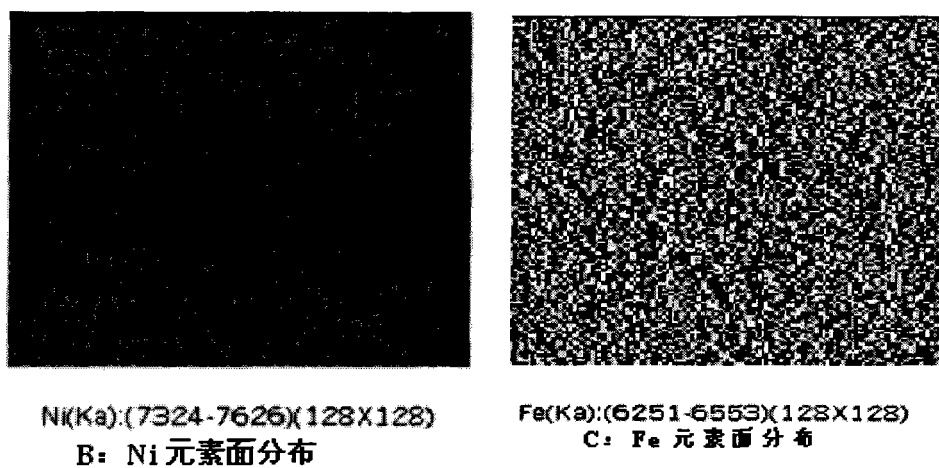


图 6