

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C25D 3/56

C25D 9/08

C25D 15/00



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510023378.4

[43] 公开日 2005 年 10 月 5 日

[11] 公开号 CN 1676674A

[22] 申请日 2005.1.17

[21] 申请号 200510023378.4

[71] 申请人 上海大学

地址 200072 上海市闸北区延长路 149 号

[72] 发明人 成旦红 曹铁华 李科军 苏永堂

[74] 专利代理机构 上海上大专利事务所

代理人 顾勇华

权利要求书 1 页 说明书 2 页

[54] 发明名称 含有纳米微粒的镍 - 磷合金基复合镀层的制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一种含有纳米 SiO₂ 微粒的镍 - 磷合金基复合镀层的制备方法, 属金属电镀工艺技术领域。本发明采用电沉积镀层的方法, 电镀液的组成为: NiSO₄ · 6H₂O 300g/L, NiCl₂ · 6H₂O 45g/L, H₃BO₃ 40g/L, H₃PO₃ 15 g/L, pH 值为 1 ~ 2, 其中溶剂为去离子水或蒸馏水; 另外添加经处理的纳米 SiO₂ 粉状微粒, 添加量为 10g/L; 添加前, 脉冲电沉积镀层方式中, 阳极为大面积纯镍板, 以镀件为阴极板, 通入脉冲电流, 平均电流密度为 5A/dm², 脉宽为 t_{on} = 1ms, 占空比为 1 : 7, 电镀液的温度保持为 60℃; 最后可在金属基底材料上得到含有纳米 SiO₂ 微粒的镍 - 磷和金基复合镀层。本发明方法所得的复合镀层具有较高的硬度, 而且镀层均匀平整, 形貌结构也较好。

1. 一种含有纳米微粒的镍-磷合金基复合镀层的制备方法，其特征在于，该方法包括如下工艺步骤：
 - a. 准备好欲镀的金属基底材料，该材料需事先经打磨抛光、水洗、除油、水洗、酸洗等工序。
 - b. 将经处理好的金属基底材料放置于恒温电镀槽中，进行电镀。电镀液为添加有纳米 SiO₂ 微粒的镍-磷体系电镀液；电镀液的组成为：NiSO₄·6H₂O 300g/L、NiCl₂·6H₂O 45g/L、H₃BO₃40g/L、H₃PO₃15 g/L、pH 值为 1~2，其中溶剂为去离子水或蒸馏水。
 - c. 在上述电镀液中添加纳米 SiO₂ 粉状微粒，添加量为 10g/L；添加前，纳米 SiO₂ 微粒需先经过处理，处理方法为：将 SiO₂ 微粒先用少量蒸馏水润湿并用超声波分散 10 分钟，再加入少量表面活性剂十六烷基三甲基溴化胺，随后再用超声波分散 40 分钟后加入上述电镀液中；然后再将该电镀液继续超声分散 1 小时。
 - d. 采用脉冲电沉积镀层方式，阳极为大面积纯镍板，以镀件为阴极板，通入脉冲电流，平均电流密度为 5A/dm²，脉宽为 t_{on}=1ms，占空比为 1: 7；电镀液的温度保持为 60℃；最后可在金属基底材料上得到含有纳米 SiO₂ 微粒的镍-磷合金基复合镀层。

含有纳米微粒的镍-磷合金基复合镀层的制备方法

技术领域

本发明涉及一种含有纳米 SiO_2 微粒的镍-磷合金基复合镀层的制备方法；属金属电镀工艺技术领域。

背景技术

电镀作为表面处理手段有着悠久的历史，其应用范围甚广，在许多工业领域都需应用电镀工艺技术来处理金属表面。复合镀层是通过金属电沉积方法，将一种或数种不溶性的固体微粒均匀地夹杂到金属镀层中所形成的特殊镀层。复合电镀已被认为是当前解决高温腐蚀、高温强度和磨损，以及某些特殊情况下的磨损等问题的一种很有前途的方法，是制取复合材料的一种先进方法。

发明内容

本发明的目的在于提供一种含有纳米 SiO_2 微粒的镍—磷合金基复合镀层的方法。

本发明的另一目的在于通过向 Ni-P 体系中添加纳米 SiO_2 微粒，用脉冲电镀以复合电沉积的方法，在一定条件下制备出 Ni-P- SiO_2 复合镀层。

本发明的一种含有纳米微粒的镍-磷合金基复合镀层的制备方法，其特征在于，该方法包括如下工艺步骤：

- a. 准备好欲镀层的金属基底材料，该材料需事先经打磨抛光、水洗、除油、水洗、酸洗等工序；
- b. 将经处理好的金属基底材料放置于恒温电镀槽中，进行电镀，电镀液为添加有纳米 SiO_2 微粒的镍-磷基复合电镀液；电镀液的组成为： $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 300g/L， $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 45g/L， H_3BO_3 40g/L， H_3PO_3 15 g/L，pH 值为 1~2，其中溶剂为去离子水或蒸馏水；
- c. 在上述电镀液中添加纳米 SiO_2 粉状微粒，添加量为 10g/L；添加前，纳米 SiO_2 微粒需先经过处理，处理方法为：将 SiO_2 微粒先用少量水润湿并用超声波分散 10 分钟，再加入少量表面活性剂十六烷基三甲基溴化胺，随后再用超声波分散 40 分钟后加入上述电镀液中；然后再将该电镀液继续超声分散 1 小时；

- d. 采用脉冲电沉积镀层方式，阳极为大面积纯镍板，以镀件为阴极板，通入脉冲电流，平均电流密度为 $5\text{A}/\text{dm}^2$ ，脉宽为 $t_{\text{on}}=1\text{ms}$ ，占空比为 1: 7；电镀液的温度保持为 60°C ；最后可在金属基底材料上得到含有纳米 SiO_2 微粒的镍-磷合金基复合镀层。

本发明方法的优点是：在镍-磷合金电镀液中引入纳米 SiO_2 微粒后，可以进一步提高镀层的硬度。另外采用脉冲与直流电镀条件下获得的镍-磷合金镀层相比，则脉冲电镀所得的镍-磷合金层的硬度较高，而且镀层的形貌也较好。

具体实施方式

现将本发明的具体实施方式叙述于后：

实施例一：先将金属基底材料，即紫铜片经机械打磨抛光、水洗、丙酮超声除油、水洗、化学除油、水洗、酸弱浸蚀、水洗；准备好经处理好的基底材料紫铜片；将经处理好的金属基底材料放置于恒温电镀槽中，进行电镀，电镀液为添加有纳米 SiO_2 微粒的镍-磷基复合电镀液；电镀液的组成为： $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 300g/L, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 45g/L, H_3BO_3 40g/L, H_3PO_3 15 g/L, pH 值为 1~2, 其中溶剂为蒸馏水；在上述电镀液中添加纳米 SiO_2 粉状微粒，添加量为 10g/L；添加前，纳米 SiO_2 微粒需先经过处理，处理方法为：将 SiO_2 微粒先用少量水润湿并用超声波分散 10 分钟，再加入少量表面活性剂十六烷基三甲基溴化胺，随后再用超声波分散 40 分钟后加入上述电镀液中；然后再将该电镀液继续超声分散 1 小时；采用脉冲电沉积镀层方式，阳极为大面积纯镍板，以镀件为阴极板，通入脉冲电流，平均电流密度为 $5\text{A}/\text{dm}^2$ ，脉宽为 $t_{\text{on}}=1\text{ms}$ ，占空比为 1: 7；电镀液的温度保持为 60°C ；最后可在紫铜片上得到含有纳米 SiO_2 微粒的镍-磷和金基复合镀层。

本实施例方法所得到的复合镀层，经 X 射线衍射分析，可得到微晶分布均匀、分散良好、形貌较好的镀层结构。通过透射电子显微镜观察，镀层中纳米 SiO_2 微粒的平均粒径为 6—7nm。