



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111663157 A

(43)申请公布日 2020.09.15

(21)申请号 202010670456.4

(22)申请日 2020.07.13

(71)申请人 广州三孚新材料科技股份有限公司

地址 510663 广东省广州市中新广州知识
城凤凰三横路57号

(72)发明人 田志斌 许荣国 詹益腾

(74)专利代理机构 广州科沃园专利代理有限公司 44416

代理人 张帅

(51)Int.Cl.

C25D 3/46(2006.01)

权利要求书1页 说明书7页

(54)发明名称

一种无氰镀银电镀液及制备方法

(57)摘要

本发明属于电镀工艺技术领域,具体涉及一种无氰镀银电镀液及制备方法。本发明提供的无氰镀银电镀液包括如下组分及其质量浓度:硝酸银30~40g/L,络合剂50~100g/L,柠檬酸钠20~40g/L,碳酸钾5~20g/L,十二烷基硫酸钠16~25g/L,磷酸氢二钠5~18g/L,光亮剂5~30g/L,pH调节剂15~25g/L。本发明提供的无氰镀银电镀液稳定性好,能使电沉积得到的银薄膜结合力好、表面光亮、薄层银膜致密均匀,抗变色性能和耐腐蚀性能优异,能满足装饰电镀和功能性电镀多领域应用。

1. 一种无氰镀银电镀液, 其特征在于, 包括如下组分及其质量浓度: 硝酸银30~40g/L, 络合剂50~100g/L, 柠檬酸钠20~40g/L, 碳酸钾5~20g/L, 十二烷基硫酸钠16~25g/L, 磷酸氢二钠5~18g/L, 光亮剂5~30g/L, pH调节剂15~25g/L。

2. 如权利要求1所述的无氰镀银电镀液, 其特征在于, 由如下质量浓度的组分组成: 硝酸银35g/L, 络合剂70g/L, 柠檬酸钠30g/L, 碳酸钾14g/L, 十二烷基硫酸钠20g/L, 磷酸氢二钠12g/L, 光亮剂20g/L, pH调节剂20g/L。

3. 如权利要求1或2所述的无氰镀银电镀液, 其特征在于, 所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比5~10:1~4:1~3组成。

4. 如权利要求3所述的无氰镀银电镀液, 其特征在于, 所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比7:2:2组成。

5. 如权利要求1或2所述的无氰镀银电镀液, 其特征在于, 所述的光亮剂由烟酸和尿素按重量比(8~12):3组成。

6. 如权利要求1或2所述的无氰镀银电镀液, 其特征在于, 所述的pH调节剂为氢氧化钠、氢氧化钾和氨水中的一种。

7. 一种如权利要求1-6中任一项所述的无氰镀银电镀液的制备方法, 其特征在于, 包括如下步骤:

S1、将络合剂、柠檬酸钠、碳酸钾溶于去离子水中, 搅拌均匀, 得混合液A;

S2、将硝酸银溶于步骤S1所得的混合液A中, 搅拌均匀, 得混合液B;

S3、将十二烷基硫酸钠、磷酸氢二钠溶于混合液B中, 搅拌加热至40~60℃, 加入光亮剂和pH调节剂, 调节pH为9~11, 搅拌均匀, 即得。

8. 如权利要求7所述的无氰镀银电镀液的制备方法, 其特征在于, 所述步骤S1~S3中的搅拌速度为40~60转/分钟, 时间为2~3分钟。

9. 一种使用权利要求1或2所述的无氰镀银电镀液的电镀方法, 其特征在于, 具体包括以下步骤:

将铜零件表面清洗干净, 浸入含有权利要求1或2所述的无氰镀银电镀液中, 以铜镀件做阴极, 银板做阳极, 镀银完成后, 从电镀液中取出镀件, 用蒸馏水清洗表面, 冷风干燥。

10. 如权利要求9所述的无氰镀银电镀液的电镀方法, 其特征在于, 所述电镀时的温度为20~25℃, 电流密度为0.5~2.5A/dm², 电镀时间为10min。

一种无氰镀银电镀液及制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于电镀工艺技术领域,具体涉及一种无氰镀银电镀液及制备方法。

背景技术

[0002] 银是一种银白色、可锻、可塑且有反光能力的贵金属,它的原子量为107.87,密度为 $10.5\text{g}/\text{cm}^3$,熔点为 960.8°C ,硬度为 $60\sim 140\text{Hv}$,电导率在 25°C 时, $63.3\times 10^{-4}\Omega^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$,具有良好的导电性和焊接性。在所有贵金属电镀中,镀银应用最广且用量最大,如各种首饰、餐具、乐器、奖杯等。功能性镀银主要应用于接插件、印刷电路板、汇流环、波导器件、簧片、半导体、仪器仪表以及火箭发动机系统中的气密封等。空气中的二氧化硫或者硫化氢易与银镀层发生缓慢反应,致使银镀层变色变暗,通常要经过镀后处理,主要是浸亮、化学和电化学钝化、涂覆盖层等。

[0003] 目前,最成功和使用最广泛的电镀银采用的是碱性氰化物体系。虽然氰化镀银的镀液稳定性可靠、电流效率高、有良好的分散能力和覆盖能力,但氰化物是剧毒的化学药品,在生产、储存、运输以及使用过程中,会对人体造成危害,并且严重污染环境,正逐步被无氰镀银取代。无氰电镀银溶液用不含氰的离子与银离子进行络合,通过电化学反应沉积得到镀层。现有常用无氰镀银工艺中,硫代硫酸盐镀银体系所得镀层结晶细致光亮,镀层呈现银白色,抗变色能力好,但是其镀层中含有少量的杂质硫,影响其硬度及导电性等,阴极电流密度容许使用的范围较窄。亚氨基二磺酸铵镀银(NS镀银)体系成分简单,镀层结晶精细光亮,覆盖能力与氰化镀银液接近,但是其溶液中氨易挥发,pH值易变化,且铁杂质的存在容易使镀液变色、光亮区域变小。丁二酰亚胺镀银体系镀液pH值允许范围宽且镀层光泽度高,但缺点是丁二酰亚胺络合剂容易发生水解,镀银层抗变色能力变差。选用5,5二甲基乙内酰脲为无氰镀银液中的络合剂,镀液稳定,但是镀层与基体的结合力不强,镀层容易发雾,光亮度及硬度不够,影响其使用。

[0004] 中国发明专利说明书CN102995081A公开这样一种无氰光亮镀银电镀液,该无氰光亮镀银电镀液主要由:硝酸银、硫代硫酸钾、焦亚硫酸钾、硫酸钾、硼酸、硫酸、光亮剂、去离子水等组成。该无氰光亮镀银电镀液具有不含氰化物,镀层镜面光亮,能达到氰化镀银的效果,且具有镀层不易变色、脆性小、附着力好等特点。但是这种电镀液形成的镀层粗糙,光亮性差,耐磨、耐腐蚀性差,导电性差。

[0005] 因此,为了达到实际生产应用的需求,研制一种无氰镀银电镀液,使得到的镀件镀层与基体结合力更强,镀层的抗腐蚀性更好,光亮性优异。

发明内容

[0006] 为了解决现有技术中存在的问题,本发明的目的在于提供一种无氰镀银电镀液。本发明提供的一种无氰镀银电镀液稳定性好,能使电沉积得到的银薄膜结合力好、表面光亮、薄层银膜致密均匀,抗变色性能和耐腐蚀性能优异,能满足装饰电镀和功能性电镀多领域应用。

[0007] 本发明的技术方案是：

[0008] 一种无氰镀银电镀液，包括如下组分及其质量浓度：

[0009] 硝酸银30~40g/L，络合剂50~100g/L，柠檬酸钠20~40g/L，碳酸钾5~20g/L，十二烷基硫酸钠16~25g/L，磷酸氢二钠5~18g/L，光亮剂5~30g/L，pH调节剂15~25g/L。

[0010] 进一步地，所述的无氰镀银电镀液，由如下质量浓度的组分组成：

[0011] 硝酸银35g/L，络合剂70g/L，柠檬酸钠30g/L，碳酸钾14g/L，十二烷基硫酸钠20g/L，磷酸氢二钠12g/L，光亮剂20g/L，pH调节剂20g/L。

[0012] 进一步地，所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比5~10:1~4:1~3组成。

[0013] 更进一步地，所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比7:2:2组成。

[0014] 进一步地，所述的光亮剂由烟酸和尿素按重量比(8~12):3组成。

[0015] 进一步地，所述的pH调节剂为氢氧化钠、氢氧化钾和氨水中的一种。

[0016] 进一步地，所述的无氰镀银电镀液的制备方法，包括如下步骤：

[0017] S1、将络合剂、柠檬酸钠、碳酸钾溶于去离子水中，搅拌均匀，得混合液A；

[0018] S2、将硝酸银溶于步骤S1所得的混合液A中，搅拌均匀，得混合液B；

[0019] S3、将十二烷基硫酸钠、磷酸氢二钠溶于混合液B中，搅拌加热至40~60℃，加入光亮剂和pH调节剂，调节pH为9~11，搅拌均匀，即得。

[0020] 更进一步地，所述步骤S1~S3中的搅拌速度为40~60转/分钟，时间为2~3分钟。

[0021] 另外，本发明还提供了一种使用所述的无氰镀银电镀液的电镀方法，具体包括以下步骤：

[0022] 将铜零件表面清洗干净，浸入含有所述的无氰镀银电镀液中，以铜镀件做阴极，银板做阳极，镀银完成后，从电镀液中取出镀件，用蒸馏水清洗表面，冷风干燥。

[0023] 进一步地，所述电镀时的温度为20~25℃，电流密度为0.5~2.5A/dm²，电镀时间为10min。

[0024] 本发明提供的无氰镀银电镀液，形成的镀层耐磨、耐腐蚀性好，镀层光亮度高，导电性好，稳定性能好。本发明加入的由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按一定比例组成的络合剂，与银离子形成配位化合物，能有效提高镀层的结合强度和平整性，以及镀液的分散性能，并且长时间放置后镀液仍能稳定保存不变色，稳定性好。添加的由烟酸和尿素按一定比例组成的光亮剂，在显著提高镀层的光亮度的同时，还可以保持镀层外部的洁净和色牢度，并且有效提高了镀层的抗变色能力以及耐腐蚀性能。加入的十二烷基硫酸钠可以降低水的表面张力或界面张力，使固体表面能被水所润湿，有效减少镀层针孔以及不平整现象的产生。

[0025] 与现有技术相比，本发明提供的无氰镀银电镀液具有以下优势：

[0026] (1) 本发明提供的无氰镀银电镀液，不含氰离子，安全环保，减少了废水对于生态环境的污染以及对人体的危害。

[0027] (2) 本发明提供的无氰镀银电镀液的分散性好，稳定性好，长时间放置镀液仍能稳定保存不变色。

[0028] (3) 采用本发明提供的无氰镀银电镀液得到的镀银层与镀件基材之间结合力强度

高,镀层的覆盖能力优异,颜色光亮,细密平整,抗变色能力以及耐腐蚀性能优异,能满足装饰电镀和功能性电镀多领域应用。

具体实施方式

[0029] 以下通过具体实施方式的描述对本发明作进一步说明,但这并非是对本发明的限制,本领域技术人员根据本发明的基本思想,可以做出各种修改或改进,但是只要不脱离本发明的基本思想,均在本发明的保护范围之内。

[0030] 其中,本发明所用试剂均为常用试剂,均可在常规试剂生产销售公司购买。实施例1一种采用无氰镀银电镀液电镀的铜镀件

[0031] 所述的无氰镀银电镀液,由如下质量浓度的组分组成:

[0032] 硝酸银30g/L,络合剂50g/L,柠檬酸钠20g/L,碳酸钾5g/L,十二烷基硫酸钠16g/L,磷酸氢二钠5g/L,光亮剂5g/L,氨水15g/L。

[0033] 所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比5:4:3组成。

[0034] 所述的光亮剂由烟酸和尿素按重量比8:3组成。

[0035] 所述的无氰镀银电镀液的制备方法,包括如下步骤:

[0036] S1、将络合剂、柠檬酸钠、碳酸钾溶于去离子水中,搅拌均匀,得混合液A;

[0037] S2、将硝酸银溶于步骤S1所得的混合液A中,搅拌均匀,得混合液B;

[0038] S3、将十二烷基硫酸钠、磷酸氢二钠溶于混合液B中,搅拌加热至40℃,加入光亮剂和氨水,调节pH为9,搅拌均匀,即得。

[0039] 所述步骤S1~S3中的搅拌速度为40转/分钟,时间为2分钟。

[0040] 使用所述的无氰镀银电镀液的电镀方法,具体包括以下步骤:

[0041] 将铜零件表面清洗干净,浸入含有所述的无氰镀银电镀液中,以铜镀件做阴极,银板做阳极,镀银完成后,从电镀液中取出镀件,用蒸馏水清洗表面,冷风干燥。所述电镀时的温度为20℃,电流密度为0.5A/dm²,电镀时间为10min。实施例2一种采用无氰镀银电镀液电镀的铜镀件

[0042] 所述的无氰镀银电镀液,由如下质量浓度的组分组成:

[0043] 硝酸银35g/L,络合剂70g/L,柠檬酸钠30g/L,碳酸钾14g/L,十二烷基硫酸钠20g/L,磷酸氢二钠12g/L,光亮剂20g/L,氢氧化钾20g/L。

[0044] 所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比7:2:2组成。

[0045] 所述的光亮剂由烟酸和尿素按重量比10:3组成。

[0046] 所述的无氰镀银电镀液的制备方法,包括如下步骤:

[0047] S1、将络合剂、柠檬酸钠、碳酸钾溶于去离子水中,搅拌均匀,得混合液A;

[0048] S2、将硝酸银溶于步骤S1所得的混合液A中,搅拌均匀,得混合液B;

[0049] S3、将十二烷基硫酸钠、磷酸氢二钠溶于混合液B中,搅拌加热至50℃,加入光亮剂和氢氧化钾,调节pH为10,搅拌均匀,即得。

[0050] 所述步骤S1~S3中的搅拌速度为50转/分钟,时间为2.5分钟。

[0051] 使用所述的无氰镀银电镀液的电镀方法,具体包括以下步骤:

[0052] 将铜零件表面清洗干净,浸入含有所述的无氰镀银电镀液中,以铜镀件做阴极,银板做阳极,镀银完成后,从电镀液中取出镀件,用蒸馏水清洗表面,冷风干燥。所述电镀时的

温度为23℃,电流密度为2.0A/dm²,电镀时间为10min。实施例3一种采用无氰镀银电镀液电镀的铜镀件

[0053] 所述的无氰镀银电镀液,由如下质量浓度的组分组成:

[0054] 硝酸银40g/L,络合剂100g/L,柠檬酸钠40g/L,碳酸钾20g/L,十二烷基硫酸钠25g/L,磷酸氢二钠18g/L,光亮剂30g/L,氢氧化钠25g/L。

[0055] 所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比10:1:1组成。

[0056] 所述的光亮剂由烟酸和尿素按重量比12:3组成。

[0057] 所述的无氰镀银电镀液的制备方法,包括如下步骤:

[0058] S1、将络合剂、柠檬酸钠、碳酸钾溶于去离子水中,搅拌均匀,得混合液A;

[0059] S2、将硝酸银溶于步骤S1所得的混合液A中,搅拌均匀,得混合液B;

[0060] S3、将十二烷基硫酸钠、磷酸氢二钠溶于混合液B中,搅拌加热至60℃,加入光亮剂和氢氧化钠,调节pH为11,搅拌均匀,即得。

[0061] 所述步骤S1~S3中的搅拌速度为60转/分钟,时间为3分钟。

[0062] 使用所述的无氰镀银电镀液的电镀方法,具体包括以下步骤:

[0063] 将铜零件表面清洗干净,浸入含有所述的无氰镀银电镀液中,以铜镀件做阴极,银板做阳极,镀银完成后,从电镀液中取出镀件,用蒸馏水清洗表面,冷风干燥。所述电镀时的温度为25℃,电流密度为2.5A/dm²,电镀时间为10min。对比例1一种采用无氰镀银电镀液电镀的铜镀件

[0064] 所述的无氰镀银电镀液,由如下质量浓度的组分组成:

[0065] 硝酸银35g/L,络合剂70g/L,柠檬酸钠30g/L,碳酸钾14g/L,十二烷基硫酸钠20g/L,磷酸氢二钠12g/L,光亮剂20g/L,氢氧化钾20g/L。

[0066] 所述的络合剂由氨基乙酸、2,2-联吡啶按重量比7:2组成。

[0067] 所述的光亮剂由烟酸和尿素按重量比10:3组成。

[0068] 所述的无氰镀银电镀液的制备方法与实施例2类似。

[0069] 使用所述的无氰镀银电镀液的电镀方法与实施例2类似。

[0070] 与实施例2的区别在于,所述的络合剂中未添加色氨酸。

[0071] 对比例2一种采用无氰镀银电镀液电镀的铜镀件

[0072] 所述的无氰镀银电镀液,由如下质量浓度的组分组成:

[0073] 硝酸银35g/L,络合剂70g/L,柠檬酸钠30g/L,碳酸钾14g/L,十二烷基硫酸钠20g/L,磷酸氢二钠12g/L,光亮剂20g/L,氢氧化钾20g/L。

[0074] 所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸按重量比7:2组成。

[0075] 所述的光亮剂由烟酸和尿素按重量比10:3组成。

[0076] 所述的无氰镀银电镀液的制备方法与实施例2类似。

[0077] 使用所述的无氰镀银电镀液的电镀方法与实施例2类似。

[0078] 与实施例2的区别在于,所述的络合剂中未添加2,2-联吡啶。

[0079] 对比例3一种采用无氰镀银电镀液电镀的铜镀件

[0080] 所述的无氰镀银电镀液,由如下质量浓度的组分组成:

[0081] 硝酸银35g/L,络合剂70g/L,柠檬酸钠30g/L,碳酸钾14g/L,十二烷基硫酸钠20g/L,磷酸氢二钠12g/L,光亮剂20g/L,氢氧化钾20g/L。

- [0082] 所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比1:1:1组成。
- [0083] 所述的光亮剂由烟酸和尿素按重量比10:3组成。
- [0084] 所述的无氰镀银电镀液的制备方法与实施例2类似。
- [0085] 使用所述的无氰镀银电镀液的电镀方法与实施例2类似。
- [0086] 与实施例2的区别在于,所述的络合剂为氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比1:1:1组成。
- [0087] 对比例4一种采用无氰镀银电镀液电镀的铜镀件
- [0088] 所述的无氰镀银电镀液,由如下质量浓度的组分组成:
- [0089] 硝酸银35g/L,络合剂70g/L,柠檬酸钠30g/L,碳酸钾14g/L,十二烷基硫酸钠20g/L,磷酸氢二钠12g/L,烟酸20g/L,氢氧化钾20g/L。
- [0090] 所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比7:2:2组成。
- [0091] 所述的无氰镀银电镀液的制备方法与实施例2类似。
- [0092] 使用所述的无氰镀银电镀液的电镀方法与实施例2类似。
- [0093] 与实施例2的区别在于,所述的光亮剂中未添加尿素。
- [0094] 对比例5一种采用无氰镀银电镀液电镀的铜镀件
- [0095] 所述的无氰镀银电镀液,由如下质量浓度的组分组成:
- [0096] 硝酸银35g/L,络合剂70g/L,柠檬酸钠30g/L,碳酸钾14g/L,十二烷基硫酸钠20g/L,磷酸氢二钠12g/L,光亮剂20g/L,氢氧化钾20g/L。
- [0097] 所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比7:2:2组成。
- [0098] 所述的光亮剂由烟酸和尿素按重量比1:1组成。
- [0099] 所述的无氰镀银电镀液的制备方法与实施例2类似。
- [0100] 使用所述的无氰镀银电镀液的电镀方法与实施例2类似。
- [0101] 与实施例2的区别在于,所述的光亮剂为烟酸和尿素按重量比1:1组成。对比例6一种采用无氰镀银电镀液电镀的铜镀件
- [0102] 所述的无氰镀银电镀液,由如下质量浓度的组分组成:
- [0103] 硝酸银35g/L,络合剂70g/L,柠檬酸钠30g/L,碳酸钾14g/L,磷酸氢二钠12g/L,光亮剂20g/L,氢氧化钾20g/L。
- [0104] 所述的络合剂由氨基乙酸、色氨酸和2,2-联吡啶按重量比7:2:2组成。
- [0105] 所述的光亮剂由烟酸和尿素按重量比10:3组成。
- [0106] 所述的无氰镀银电镀液的制备方法与实施例2类似。
- [0107] 使用所述的无氰镀银电镀液的电镀方法与实施例2类似。
- [0108] 与实施例2的区别在于,所述组分中未添加十二烷基硫酸钠。
- [0109] 试验例一、镀液稳定性测试及镀层表观性能检测
- [0110] 1、试验对象:采用实施例1-3,对比例1-6制备的无氰镀银电镀液及电镀处理后的镀件。
- [0111] 2、试验方法:
- [0112] (1) 镀液稳定性测试
- [0113] 为了验证银离子与组合配位剂形成配位离子后配合物的稳定性以及镀液中游离银离子的含量,进行了铜箔的置换实验,控制温度在35℃,将经过电镀前处理的试片放入镀

槽中,在充分搅拌的条件下观察试片表面的变化,当试片表面出现附着物则证明镀液已经不能耐受置换实验,通过置换实验可以验证镀液中配合离子的稳定性。

[0114] (2) 镀层外观性能检测

[0115] 采用目测和光泽度测定法来测定镀层的外观及覆盖能力。目测法即从镀层表面的光泽、粗糙度考虑。采用光泽度仪在60°的折射角下镀层光泽度。

[0116] 3、试验结果:

[0117] 试验结果如表1所示。

[0118] 表1镀液稳定性测试及镀层外观性能检测

组别	耐铜置换时间 (min)	外观	光泽 (Gu)
实施例1	10	表面均匀细腻,平整光亮	182.1
实施例2	11	表面均匀细腻,平整光亮	185.6
实施例3	11	表面均匀细腻,平整光亮	183.7
对比例1	3	表面均匀细腻,平整光亮	162.3
对比例2	3	表面均匀细腻,平整光亮	156.7
对比例3	4	表面均匀细腻,平整光亮	154.9
对比例4	10	表面粗糙、无光、发雾	100.2
对比例5	9	表面粗糙、无光、发雾	103.8
对比例6	10	表面粗糙、发雾,镀层覆盖不均匀	136.8

[0120] 通过表1可以发现,实施例1-3制备的无氰镀银电镀液在稳定性测试在铜箔的置换实验中,镀液耐受置换时间可以达到10分钟以上,且采用实施例1-3制备的无氰镀银电镀液处理后的镀件镀层表面均匀细腻,平整,光亮度均达到180Gu以上,其中实施例2的电镀液耐铜置换时间最长,为11分钟,光亮度为185.6Gu,为本发明的最佳实施例。而对比例1-3中,当改变了络合剂的组分和配比时,可以看出在镀液的耐铜置换时间大大降低,仅为3~4分钟,并且镀层的光泽度也有所下降;说明本发明无氰镀银电镀液中添加的络合剂能有效提高镀液的耐铜置换时间,有效提高了镀液的稳定性,进而能够保证基体与镀层的结合力。而对比例4和对比例5中,当改变了光亮剂的组分和含量时,得到的镀层表面粗糙无光、发雾,且光泽度大大下降,对比例6中未添加十二烷基硫酸钠时,得到的镀件也存在表面粗糙、发雾,镀层覆盖不均匀的现象,说明了本发明添加的光亮剂各组分协同作用以及和十二烷基硫酸钠配合使用,使得到的镀层表面光亮细腻,色泽均匀,无针孔等不平整现象。

[0121] 试验例二、镀层抗腐蚀性能和结合强度检测

[0122] 1、试验对象:采用实施例1-3,对比例1-5制备的无氰镀银电镀液及电镀处理后的镀件。

[0123] 2、试验方法:

[0124] (1) 采用K₂S浸泡实验检验镀层的抗腐蚀性能

[0125] 镀层在大气中SO₂、H₂S等腐蚀介质的作用下,会使表面生成淡黄色、黄褐色甚至黑褐色的硫化银薄膜。镀层变色之后,不仅影响外观,更重要的是接触电阻增大,影响导电性,而且造成焊接困难,降低使用价值。为了更加准确的验证镀层的抗变色性能,进行K₂S溶液浸泡实验,在常温下使用0.1mol/L的K₂S溶液镀层,记录镀层在浸泡中颜色的变化情况,并测试在空气中放置6个月后镀层的变化情况。

[0126] (2) 使用试片弯折测试镀层的结合强度

[0127] 工件电镀后,将工件多次弯折90°,观察是否有起皮、剥离、脱离现象。

[0128] 3、试验结果:

[0129] 试验结果如表2所示。

[0130] 表2镀层抗腐蚀性能和结合强度检测

组别	抗腐蚀性能		结合强度 (折弯 20 次)
	K ₂ S 溶液浸泡下的 变色时间 (min)	常温放置 6 个月的变色 情况	
[0131]	实施例 1	20	无变化
	实施例 2	22	无变化
	实施例 3	21	无变化
	对比例 1	18	镀层起皮、剥落
[0132]	对比例 2	16	镀层起皮、剥落
	对比例 3	17	镀层起皮、剥落
	对比例 4	6	2 个月后镀层变黄
	对比例 5	7	1 个月后镀层变黄

[0133] 通过表2可以发现,采用实施例1-3制备的无氰镀银电镀液电镀处理后的镀件,经K₂S溶液检测及空气久置实验检测,显示镀层抗变色性能好,变色时间均到达20分钟以上,且在常温下放置6个月镀层无变化。同时,经反复弯折(20次)实验后,镀层也无脱落、剥离、鼓泡、起皮现象,说明镀层与基体的结合力强。而对比例1-3中,当改变了络合剂的组分和配比时,可以看出在镀层经反复弯折(20次)实验后出现了起皮、剥落的现象;说明本发明无氰镀银电镀液中添加的络合剂能有效提高镀件与镀层的结合力。而对比例4和对比例5中,当改变了光亮剂的组分和含量时,得到的镀层在常温下放置1-2个月时,镀层出现了变色的现象,说明了本发明添加的光亮剂可以提高镀层的抗变色能力、抗腐蚀性能以及长期存放的稳定性,能满足装饰性电镀和功能性电镀等多领域的应用。

[0134] 上述实施例仅例示性说明本发明的原理及其功效,而非用于限制本发明。任何熟悉此技术的人士皆可在不违背本发明的精神及范畴下,对上述实施例进行修饰或改变。因此,举凡所属技术领域中具有通常知识者在未脱离本发明所揭示的精神与技术思想下所完成的一切等效修饰或改变,仍应由本发明的权利要求所涵盖。