

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C25D 3/50

C25D 5/28

C25D 5/38



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 02136737.X

[45] 授权公告日 2005 年 6 月 29 日

[11] 授权公告号 CN 1208503C

[22] 申请日 2002.8.30 [21] 申请号 02136737.X

[71] 专利权人 宝山钢铁股份有限公司

地址 201900 上海市宝山区富锦路果园

共同专利权人 镇江市特种合金材料厂

[72] 发明人 戴明山 潘建跃

审查员 马秀芳

[74] 专利代理机构 上海隆天新高专利商标代理有限公司

代理人 竺明

权利要求书 1 页 说明书 4 页

[54] 发明名称 钛基材料镀铂方法

[57] 摘要

钛基材料镀铂方法，包括如下步骤：(a) 钛的活化处理，使用的酸为 5~15% 草酸和 10~20% 硫酸，加热至沸腾，保持 2—3 小时；(b) 氢化钛分解，在晶核沉结液中加入铂液，钛基工件接正电极，使氢化钛分解，(c) 晶核沉结，氢化钛分解 70%~90% 后转换通电方向，在钛基工件表面形成铂晶核；(d) 将晶核沉结后的钛基工件进行镀铂。其中，晶核沉结液 PH 值为 2—4，含铂量为 3—5g/L，温度为 60—80℃；钛工件接正极，使氢化钛分解的电流密度为 2—4A/dm²，时间 1—2 分钟；转换通电方向后的电流密度为 5—15A/dm²，时间 4—8 分钟。本发明的优点是，铂晶核直接在钛基体上，钛基与镀铂层结合力高；且，使用寿命长，铂耗量低。

ISSN 1008-4274

1. 钛基材料镀铂方法，包括如下步骤，
 - (a) 钛的活化处理；
 - (b) 氢化钛分解，在晶核沉结液中加入铂液，钛基工件接正电
 - 5 极，使氢化钛分解，氢化钛分解 70%~90%；
 - (c) 晶核沉结，在氢化钛分解 70%~90%后转换通电方向，在钛基工件表面形成铂晶核；
 - (d) 电镀铂，将晶核沉结后的钛基工件进行镀铂。
2. 如权利要求 1 所述的钛基材料镀铂方法，其特征是，所述的步骤(a)
- 10 中钛的活化处理中所使用的酸为 5~15%草酸和 10~20%硫酸。
3. 如权利要求 1 或 2 所述的钛基材料镀铂方法，其特征是，所述的步骤(a)~(d)中所使用的酸为相同的酸。
4. 如权利要求 1 所述的钛基材料镀铂方法，其特征是，将步骤(a)的酸液加热至沸腾，保持 2-3 小时。
- 15 5. 如权利要求 1 所述的钛基材料镀铂方法，其特征是，所述的步骤(b、c)中的晶核沉结液的 PH 值为 2-4，含铂量为 3-5g/L，温度为 60-80℃。
6. 如权利要求 1 所述的钛基材料镀铂方法，其特征是，所述的步骤(b)中钛基工件接正极，使氢化钛分解的电流密度为 2-4A/dm²，时间 1-2 分钟。
7. 如权利要求 1 所述的钛基材料镀铂方法，其特征是，所述的步骤(c)
- 20 晶核沉结，在钛基工件表面形成铂晶核的电流密度为 5-15 A/dm²，时间 4-8 分钟。

钛基材料镀铂方法

技术领域

5 本发明涉及电镀技术领域，特别涉及钛基电镀技术。

背景技术

钛是强氧化元素，只要有空气和水存在，即使在室温下也能迅速形成一层致密的氧化钛。由于氧化钛的存在使钛基工件电镀变得十分困难，
10 在未经特殊处理的钛板上电镀任何金属都很容易剥落。

现有提高镀基与镀铂层结合力的方法如下：

（1）喷砂毛化法：在压缩空气的作用下，使砂粒冲撞钛材表面，使钛基粗糙度增加，起到增加钛基和镀层之间的机械结合力的作用。

（2）化学毛化：在某种腐蚀液中进行较长时间的反应使钛基表面腐蚀出微小的腐蚀坑，从而起到提高钛基和镀层之间的机械结合力的作用。
15

（3）醇（醚）类无水电镀：活化液和电镀液使用不含水的醇或醚类，避免了水和钛直接接触，使钛材表面在电镀前的氧化程度减弱，从而起到提高钛基和镀层之间的结合力的作用。

（4）磁控溅射：用贵金属作为靶材，通过溅射方法使钛材表面形成一层铂金属晶核，然后再进行电镀铂，从而起到提高结合力的作用。
20

（5）激光照射：把镀好铂的钛工件在激光的照射下进行重熔处理。从而起到提高结合力的作用。

尽管提高钛与镀层之间结合力的方法很多，每种方法在某种程度上也起到一定的作用，但却存在不足。

25 1、喷砂毛化法和化学腐蚀毛化法是增加钛基的粗糙度的一种方法，能提高钛基和镀层之间的机械结合力，由于氧化皮仍然存在，钛基表面的性质没有改变，所以未能从根本上解决问题。

2、醇类或醚类无水电镀方法确能减轻钛基表面氧化问题，但醇类和醚类中仍然有一定量的水，氧化的问题无法彻底解决，另外醇和醚都是易燃品，在实际生产中很难实践。
30

3、磁控溅射是提高钛基与镀层结合力的有效方法，但在磁控溅射中贵金属浪费大，而且很难完成大面积整个面的溅射工作。

4、激光照射属于镀后处理，能收到明显的效果，但费用很高。

通过以上四点分析可知，尽管提高钛基与镀层之间结合力的研究很多，但未真正解决这一问题，所以要寻找一种既能彻底解决问题，又能降低生产成本的方法。

发明内容

本发明的目的在于提供一种既能彻底解决上述方法的不足，又能降低生产成本，且钛基工件使用寿命长、铂耗量低的钛基镀铂方法。

为达到上述目的，本发明的技术解决方案是，包括如下步骤：

(a) 钛的活化处理，以清除氧化钛，但同时会形成一层氢化钛；

(b) 氢化钛分解，在晶核沉结液中加入铂液，钛基工件接正电极，使氢化钛分解，氢化钛分解 70%~90%；

15 (c) 晶核沉结，氢化钛分解 70%~90%后转换通电方向（钛基镀铂工件接负极，工作阳极接正极），在钛基工件表面形成铂晶核；

(d) 电镀铂，将晶核沉结后的钛基工件进行镀铂。

进一步，步骤(a)中钛活化处理中所使用的酸为 5~15%草酸和 10~20%硫酸。

20 所述的步骤(a)~(d)所使用的酸为相同的酸。

其中，步骤(a)中的酸液的加热至沸腾，保持 2-3 小时；

步骤(b、c)中晶核沉结液 PH 值为 2-4，含铂量为 3-5g/L，温度为 60-80℃；

25 步骤(b)中钛基工件接正极，使氢化钛分解，电流密度为 2-4A/dm²，时间 1-2 分钟；

晶核沉结，氢化钛分解 70%~90%后转换钛基工件通电方向（反向），电流密度为 5-15 A/dm²，时间 4-8 分钟，钛基工件表面形成铂晶核，为下一步电镀铂打下良好的基础。

本发明的优点是：

30 1、与普通钛基镀铂相比增加了晶核沉结工艺，晶核沉结必须在一定的

温度、一定的酸浓度和一定的电流作用下才能产生，由于铂晶核是直接
在钛基体上（而不是氧化钛和氢化钛）生成，所以钛基与镀铂层结合力很高；

2、现有技术镀铂结合力为 10Mpa，最大镀层厚度 15 μ m，本发明电镀
的试样结合力达到 16Mpa，最大镀层厚度达 50 μ m；

5 3、用喷砂方法处理的阳极使用寿命为 6 个月，用化学腐蚀方法处理的
阳极使用寿命为 8 个月，用醇（醚）类无水电镀的阳极使用寿命最多不超
过 10 个月；用磁控溅射和激光照射方法生产的阳极使用寿命长达 12 个月，
但价格要高 20%，而用本发明能在基本不增加生产成本的基础上使用寿
命长达 12-14 个月。

10 4、由于这种方法的应用，大大降低了铂的耗量，提高了生产效益。

具体实施方式

本发明所提供的钛基材料镀铂方法，步骤如下：在电镀前钛基工件
进行活化处理，使用的酸为 5~15%草酸和 10~20%硫酸，加热至沸腾，
15 保持 2-3 小时；后放入晶核沉结电化学槽中，槽中晶核沉结液的 PH 值为
2-4，含铂量为 3-5g/L，保温温度为 60-80 $^{\circ}$ C；钛基工件接正极（正向），
使氢化钛分解，电流密度为 2-4A/dm²，时间 1-2 分钟；氢化钛分解 70%~
90%，然后转换钛基工件通电方向（反向），提高电流密度到 5-15 A/dm²，
时间 4-8 分钟；再进行电镀铂。

20 其中，晶核沉结液配制有三大因素：

①PH 值，PH 值过低时形成的晶核结合力较差，PH 值过高时晶核难
形成，所以 PH 值控制在 2-4 为宜。

②铂含量，铂含量过低时，晶核难形成；铂含量过高时，形核的晶
核是黑铂晶核，所以铂含量在 3-5g/L 为宜。

25 ③温度，晶核沉结液温度过低时，晶核难形成；过高时，铂化合物
易分解，当温度在 60-80 $^{\circ}$ C 时为宜。

经大量试验得出：PH 值为 2-4，铂含量为 3-5g/L，温度为 60-80 $^{\circ}$ C 时，
能保证晶核沉结质量，通过镀铂后镀层结合力高。

30 正向电流密度和时间：正向电流密度和时间实际上是根据活化酸处
理时氢化钛的厚度来确定的，当氢化钛消除 80%时必须立即通反向电流。

在本发明规定的酸处理工艺条件下，电流密度为 $2-4\text{A}/\text{dm}^2$ ，时间 1-3 分钟为最佳工艺参数。

反向电流密度和时间：反向电流密度和时间实际上是决定晶核的大小和数量，当电流较小时，形成晶核的孕育时间较长，钛工件易氧化，所以需要大电流密度来缩短晶核形成的孕育时间；当然如果电流密度过大时，形成的晶核会烧焦，所以控制在 $5-15\text{A}/\text{dm}^2$ 。反向通电的时间不宜长，控制在 4-8 分钟为宜。

氢化钛分解 70%~90%，然后转换钛基工件通电方向（反向）；如完全分解有可能产生氧化钛，影响晶核沉结效果。

10 以下举几个实施例，见表 1：

表 1

参数 试验编号	PH 值	铂含量 g/L	温度 ℃	正向通电		反向通电		试验结果
				电流 密度 A/dm^2	时间 分	电流 密度 A/dm^2	时间 分	
1	1	3	60	2	1	5	4	晶核层薄， 镀层结合力 较好
2	2	4	70	3	2	10	6	镀层结合力 最好
3	3	5	80	4	3	15	8	晶核较厚， 镀层结合力 较好

从表 1 分析可知，本发明通过晶核沉结后镀铂，能大大提高镀铂层的结合力。