



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105200493 A

(43) 申请公布日 2015. 12. 30

(21) 申请号 201510614452. 3

(22) 申请日 2015. 09. 24

(71) 申请人 马鞍山杰创塑胶科技有限公司

地址 243100 安徽省马鞍山市当涂经济开发区
滨江小区 2 号楼

(72) 发明人 吴传兴

(74) 专利代理机构 安徽合肥华信知识产权代理
有限公司 34112

代理人 余成俊

(51) Int. Cl.

C25D 11/24(2006. 01)

权利要求书1页 说明书2页

(54) 发明名称

一种光亮平整铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂
及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种光亮平整铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂,由下列重量份的原料制成:醋酸镁 8-8.5、三乙醇胺 19-20、醋酸铵 3-3.2、去离子水适量、LiF 1.1-1.2、磺基水杨酸 0.4-0.5、聚硅酸锌 0.4-0.5、2-巯基苯并咪唑稀土配合物 0.4-0.5、硅酸锂 0.4-0.5、十二氟庚基丙基三甲氧基硅烷 2.6-2.8、钛酸四丁酯 1-1.2、乙醇 45-48、氨水 8.6-9、含氟表面活性剂 0.3-0.4。本发明封孔剂通过使用 LiF、磺基水杨酸、聚硅酸锌、2-巯基苯并咪唑稀土配合物,对铝合金的亲合力强,能够渗透至孔隙内部,封闭性好,能够使封孔后的氧化膜表面光亮,平整度好,耐腐蚀、防污性大大提高。

1. 一种光亮平整铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂,其特征在于由下列重量份的原料制成:醋酸镁 8-8.5、三乙醇胺 19-20、醋酸铵 3-3.2、去离子水适量、LiF1.1-1.2、磺基水杨酸 0.4-0.5、聚硅酸锌 0.4-0.5、2-巯基苯并咪唑稀土配合物 0.4-0.5、硅酸锂 0.4-0.5、十二氟庚基丙基三甲氧基硅烷 2.6-2.8、钛酸四丁酯 1-1.2、乙醇 45-48、氨水 8.6-9、含氟表面活性剂 0.3-0.4。

2. 根据权利要求 1 所述的光亮平整铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 将钛酸四丁酯、乙醇混合,搅拌得到钛酸四丁酯乙醇溶液,将硅酸锂、十二氟庚基丙基三甲氧基硅烷、含氟表面活性剂、2-巯基苯并咪唑稀土配合物混合,加入 5-6 重量份的水搅拌均匀,得到溶液,将所述溶液搅拌下滴入钛酸四丁酯乙醇溶液中,在 250-300r/min 条件下搅拌 1.5-1.8h,得到混合物,然后将氨水缓慢滴加入上述混合物中,在 30-35℃下搅拌反应 3-3.5h 后得到乳液;

(2) 配制混合溶液,醋酸镁 8g/L、三乙醇胺 19g/L、醋酸铵 3g/L;

(3) 将第(1)步得到的乳液按 1.6-1.8g/L 加入第(2)步得到的溶液中,再加入其它剩余成分,混合均匀,调节 pH=5,加热至 80-82℃,将铝型材浸渍 20-30min,即得。

一种光亮平整铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂技术领域,尤其涉及一种光亮平整铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 目前,铝及其合金一般采用阳极氧化表面防护技术,在铝及其合金表面形成一定厚度的氧化膜,由于氧化膜的表面存在大量微孔,必须进行适当的封闭处理,常见的封闭方法主要有沸水(或蒸汽)封闭、镍盐封闭、高分子树脂封闭。沸水(或蒸汽)封闭方法能耗高且无法满足对较高耐蚀性的要求;常用的镍盐封闭剂含 Ni^{2+} 、 F^- 对人体和环境有毒害作用,其溶出量受到欧盟94/27/EEC镍指令等法规的严格限制;高分子树脂的分子体积太大,无法扩散进入孔隙内部实现良好的封闭性能。因此,高效节能、无毒环保的绿色铝阳极氧化膜封闭技术开发的需求迫切,其中,以碱金属盐或碱土金属盐为主要成分的封孔剂具有资源广阔、成本低廉、环境友好等特性,是一种新型绿色阳极氧化膜封孔剂。美国、我国武汉材料保护研究所先后开展了碱土金属盐封孔的工艺研究。《6063 铝合金阳极氧化膜无镍封孔工艺的优化》一文以醋酸镁为封孔剂主要成分,采用正交试验法研究了封孔工艺参数对封孔质量的影响,得到了无镍封孔技术的优化工艺,并对该工艺开展了抗离子干扰的工艺适用性研究。结果表明,优化的无镍封孔工艺可实现在 80°C 中温下对阳极氧化膜进行封孔处理,封孔质量良好,抗 Na^+ 干扰能力突出,实现了封孔过程无 Ni^{2+} 等环境污染源、绿色环保,且封孔温度的降低有利于减少能耗,节能效益显著。但是该工艺还是有不足之处,抗 SO_4^{2-} 干扰较差,而且渗透性不好,底层的氧化膜底层的空隙封闭性不好,还存在抗菌性、耐蚀性、耐热性、耐盐雾性、耐磨性、抗氧化性等性能不佳的问题,而且封闭剂的韧性、硬度、收缩率等也会影响封闭性,需要改进。

发明内容

[0003] 本发明目的就是为了弥补已有技术的缺陷,提供一种光亮平整铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂及其制备方法。

[0004] 本发明是通过以下技术方案实现的:

一种光亮平整铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂,由下列重量份的原料制成:醋酸镁8-8.5、三乙醇胺19-20、醋酸铵3-3.2、去离子水适量、 LiF 1.1-1.2、磺基水杨酸0.4-0.5、聚硅酸锌0.4-0.5、2-巯基苯并咪唑稀土配合物0.4-0.5、硅酸锂0.4-0.5、十二氟庚基丙基三甲氧基硅烷2.6-2.8、钛酸四丁酯1-1.2、乙醇45-48、氨水8.6-9、含氟表面活性剂0.3-0.4。

[0005] 所述的光亮平整铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂的制备方法,包括以下步骤:

(1) 将钛酸四丁酯、乙醇混合,搅拌得到钛酸四丁酯乙醇溶液,将硅酸锂、十二氟庚基丙基三甲氧基硅烷、含氟表面活性剂、2-巯基苯并咪唑稀土配合物混合,加入5-6重量份的水搅拌均匀,得到溶液,将所述溶液搅拌下滴入钛酸四丁酯乙醇溶液中,在 $250-300\text{r}/\text{min}$ 条件下搅拌1.5-1.8h,得到混合物,然后将氨水缓慢滴加入上述混合物中,在 $30-35^{\circ}\text{C}$ 下搅拌

反应 3-3.5h 后得到乳液；

(2) 配制混合溶液，醋酸镁 8g/L、三乙醇胺 19g/L、醋酸铵 3g/L；

(3) 将第(1)步得到的乳液按 1.6-1.8g/L 加入第(2)步得到的溶液中，再加入其它剩余成分，混合均匀，调节 pH=5，加热至 80-82℃，将铝型材浸渍 20-30min，即得。

[0006] 本发明的优点是：本发明使用钛酸四丁酯形成纳米二氧化钛，同时使用了硅酸锂、十二氟庚基丙基三甲氧基硅烷、含氟表面活性剂，经反应，能够提高封孔剂的渗透性、粘结性、疏水性，提高封孔效果，同时提高了氧化膜的抗氧化性和抗 SO_4^{2-} 干扰性；通过使用 LiF、磺基水杨酸、聚硅酸锌、2-巯基苯并咪唑稀土配合物，对铝合金的亲合力强，能够渗透至孔隙内部，封闭性好，而且能够使封孔后的氧化膜表面光亮，平整度好，耐腐蚀、防污性大大提高。

具体实施方式

[0007] 一种光亮平整铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂，由下列重量份(公斤)的原料制成：醋酸镁 8、三乙醇胺 19、醋酸铵 3、去离子水适量、LiF 1.1、磺基水杨酸 0.4、聚硅酸锌 0.4、2-巯基苯并咪唑稀土配合物 0.4、硅酸锂 0.4、十二氟庚基丙基三甲氧基硅烷 2.6、钛酸四丁酯 1、乙醇 45、氨水 8.6、含氟表面活性剂 0.3。

[0008] 所述的光亮平整铝合金阳极氧化膜无镍封孔剂的制备方法，包括以下步骤：

(1) 将钛酸四丁酯、乙醇混合，搅拌得到钛酸四丁酯乙醇溶液，将硅酸锂、十二氟庚基丙基三甲氧基硅烷、含氟表面活性剂、2-巯基苯并咪唑稀土配合物混合，加入 5 重量份的水搅拌均匀，得到溶液，将所述溶液搅拌下滴入钛酸四丁酯乙醇溶液中，在 250r/min 条件下搅拌 1.5h，得到混合物，然后将氨水缓慢滴加入上述混合物中，在 30℃ 下搅拌反应 3h 后得到乳液；

(2) 配制混合溶液，醋酸镁 8g/L、三乙醇胺 19g/L、醋酸铵 3g/L；

(3) 将第(1)步得到的乳液按 1.6g/L 加入第(2)步得到的溶液中，再加入其它剩余成分，混合均匀，调节 pH=5，加热至 80℃，将铝型材浸渍 20min，即得。

[0009] 实验数据：

根据 GB/T8753.2-2005 检测，封孔失重为 10.5mg/dm²；根据 GB/T8753.4-2005，染色等级为 0，抗染色吸附能力强，说明封闭质量合格。

[0010] 通过抗离子干扰研究，结果显示即使 Na⁺ 含量增至 400mg/L 时，封孔失重也仅为 11.8mg/dm²，小于 30mg/dm²，封孔质量良好，抗 Na⁺ 干扰能力突出；当 SO_4^{2-} 的含量为 500mg/L 时，封孔失重为 13.2mg/dm²，小于 30mg/dm²，封孔效果较好，抗 SO_4^{2-} 干扰好。

[0011] 通过对氧化膜表面进行电镜扫描，看到氧化膜的表面的大量微孔几乎都被封闭，孔洞结构少，封孔较为均匀。