

射流电沉积镍工艺研究

卢雄威, 杜楠, 赵晴, 王梅丰, 郑高

(南昌航空工业学院材料学院, 江西 南昌 330063)

[摘要] 通过射流电沉积瓦特镍电解液研究了电压、电解液温度、射流速度、主盐浓度、阳极喷嘴口径对沉积电流、沉积速率、电流效率的影响。结果表明:在电压为 45V, 温度为 50℃, 阴阳极间距离为 17mm, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 浓度为 280g/L 时, 从沉积电流、沉积速率、电流效率来看, 效果最好。电压的增大使得沉积电流、沉积速率、电流效率增大, 当电压增大到 45V 后, 电流效率不再增大, 而是趋于平稳, 到 55V 后, 沉积层烧焦。试验还发现, 电解液流速和阳极喷嘴口径越大, 沉积速率、电流效率也越大。

[关键词] 射流电沉积; 主盐浓度; 瓦特镍; 工艺参数; 电解液

[中图分类号] TQ153.1

[文献标识码] A

[文章编号] 1001-3660(2007)05-0048-02

Study on Jet Flow Electrodeposition Nickel

LU Xiong-wei, DU Nan, ZHAO Qing, WANG Mei-feng, ZHENG Gao

(Material College of Nanchang Institute of Aeronautical Technology, Nanchang 330063, China)

[Abstract] The effects of voltage, temperature, speed of flow, anode caliber, main salinity on current, current efficiency, settling rate were studied by jet flow electrodeposition watt nickel. The result shows that when the voltage is 45V, the temperature is 50℃, the distance of anode and cathode is 17mm, the density of $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ is 280g/L, it can get the best effect. The deposit rate, current, current efficiency increase with the increasing of voltage. When the voltage reaches 45V, the current efficiency no longer rises and when it reaches 55V, the deposit scorches. The result also shows that the bigger of anode caliber and the higher speed of flow, the better effect of current efficiency and settling rate can be got.

[Key words] Jet flow electrodeposition; Main salinity; Watt nickel; Technological parameter; Electrolyte

0 引言

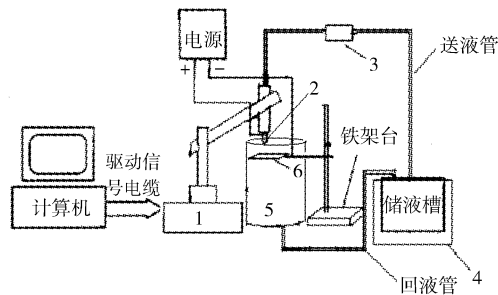
普通电沉积方法由于受扩散步骤的控制, 允许的电流密度过小(电沉积镍不超过 $5\text{A}/\text{dm}^2$)^[1], 沉积速度慢, 生产效率低, 因此, 在保证沉积层质量的情况下, 各种高速电沉积技术也得到了相应发展, 如脉冲电沉积、超声波增强电沉积、激光增强电沉积、磁场增强电沉积、射流电沉积等, 其中射流电沉积由于沉积速度快等特有优点而日益受到关注^[2-4]。采用射流电沉积技术时, 含有金属离子的电解液通过喷嘴高速喷向阴极表面, 因而能迅速补充阴极表面金属离子的数量, 从而大大提高了物质传输迁移速度, 而且电解液以强烈的紊流形式流动, 极大地降低了浓差极化, 有效地减小了扩散层的厚度, 大大提高了可用电流密度。本文利用一套二维数控平台, 采用自行设计的实验装置专门对镍射流电沉积的工艺进行了研究, 以获得射流电沉积镍的基本规律。

1 试验方法

1.1 试验装置

试验装置图见图 1, 试验装置主要由 4 部分组成, 即恒温水

浴槽、镀液喷射装置、电脑控制 KLD-B2 二维数控平台、直流稳压电源。



1. KLD-B₂ 步进数控平台控制器 2. 铂阳极管
3. 蠕动泵 4. 恒温水浴槽 5. 沉积室 6. 阴极试片

图 1 射流电沉积实验装置图

Figure 1 Set up of jet electro-deposition

1.2 电解液组成及工艺条件

试验工艺条件与电解液组成见表 1。通过调整蠕动泵转速控制电解液流速为 $1\text{m}/\text{s}$ 。本试验采用铂管阳极喷嘴, 孔径分别为 0.8、1.2、1.6mm, 阴极为紫铜片。电沉积之前, 先对紫铜片除油、活化, 再用蒸馏水、酒精清洗, 然后迅速置于沉积室中。试验阴阳极距离为 17mm, 除口径对射流电沉积影响实验外, 其他阳极口径都为 1.6mm; 除浓度对射流电沉积的影响外, 其他都用 B 号电解液, 沉积速率、电流效率采用精度为 0.1mg 的电子天平 (Sartorius BS124S) 用称重法计算。

[收稿日期] 2007-02-13

[基金项目] 教育部重点科技项目 (BB200400002)

[作者简介] 卢雄威 (1981-), 男, 湖北咸宁人, 在读硕士, 主要从事射流电沉积方面的研究。

表1 电解液组成

Table 1 Composition of electrolyte

成分	A	B	C
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	140	280	420
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	40	40	40
$\text{H}_3\text{BO}_3/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	35	35	35
温度	50℃		
pH	3.8~4.2		

2 结果与讨论

2.1 电压对沉积电流、沉积速率和电流效率的影响

图2为电压与电流、沉积速率关系曲线,图3为电压与电流效率关系曲线。从图2可以看出:电流、沉积速率与电压之间基本呈线性关系。随着电压的增加,电流、沉积速率也跟着增加,说明 Ni^{2+} 尚能满足沉积的需要。当电压高于55V,沉积层出现烧焦的现象,这表明随着沉积反应速度的加快,阴极表面 Ni^{2+} 出现供应不足,出现了明显的析氢反应。由图3可以看出:电流效率先是随着槽电压的增加而增加,当电压达45V时电流效率达到最大,由于开始出现析氢,随后稍微减小基本达到平缓,因此后来的实验中都使用45V电压。

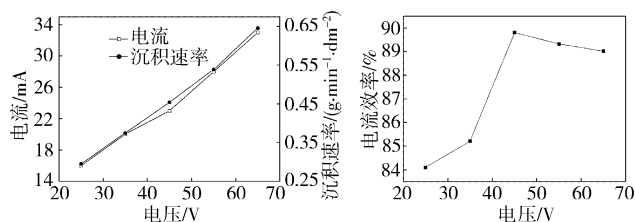


图2 电压与电流、沉积速率关系
($T=50^\circ\text{C}$, $V=1\text{m/s}$,
 $L=17\text{mm}$, $D=1.6\text{mm}$)

Figure 2 Relational curve of voltage and current density, deposition rate

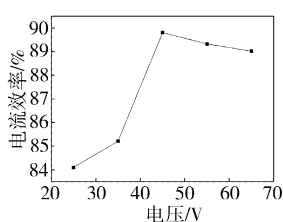


图3 电压与电流效率关系
($T=50^\circ\text{C}$, $V=1\text{m/s}$,
 $L=17\text{mm}$, $D=1.6\text{mm}$)

Figure 3 Relational curve of voltage and current efficiency

2.2 温度对沉积电流、沉积速率和电流效率的影响

图4为温度与电流、沉积速率关系曲线,图5为温度与电流效率关系曲线。从图4可以看出:提高温度可以明显提高沉积电流。当温度达到70℃后,沉积层出现烧焦现象。沉积速率随着温度升高而增大,这主要是由于温度升高时,更多的主盐离子处于活化状态,使沉积速度加快,电流增大,同时温度增大也使得氢离子活性增大,使得析氢更容易发生,导致沉积出现烧焦现象。从图5可以看出:电流效率先是随着温度的升高而升高,当温度超过50℃时,由于析氢反应成分逐渐增多,电流效率开始降低。

2.3 流速对沉积电流、沉积速率和电流效率的影响

图6为流速与电流、沉积速率关系曲线,图7为流速与电流效率关系曲线。由图6、图7可以看出:沉积电流、沉积速率、电流效率都随着电解液流速呈线性增大,这主要是流速的增大进一步消除了液相传质的影响,因此,射流电沉积中,流速越大越好。

2.4 主盐浓度对沉积电流、沉积速率和电流效率的影响

图8为主盐浓度与电流、沉积速率关系曲线,图9为主盐浓度与电流效率关系曲线。由图8、图9可以看出:沉积电流、沉积速率、电流效率先是随着主盐浓度的增加而增大,当主盐浓度

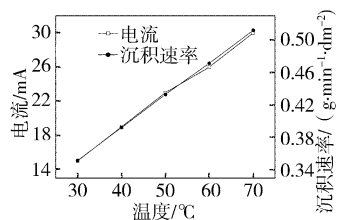


图4 温度与电流、沉积速率关系
($U=45\text{V}$, $V=1\text{m/s}$,
 $L=17\text{mm}$, $D=1.6\text{mm}$)

Figure 4 Relational curve of temperature and current, deposition rate

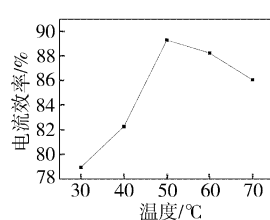


图5 温度与电流效率关系
($U=45\text{V}$, $V=1\text{m/s}$,
 $L=17\text{mm}$, $D=1.6\text{mm}$)

Figure 5 Relational curve of temperature and current efficiency

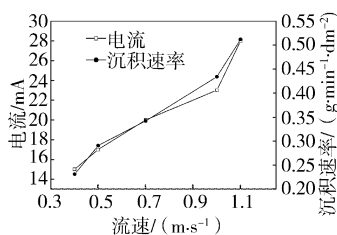


图6 流速与电流、沉积速率关系
($T=50^\circ\text{C}$, $U=45\text{V}$,
 $L=17\text{mm}$, $D=1.6\text{mm}$)

Figure 6 Relational curve of speed of flow and current, deposition rate

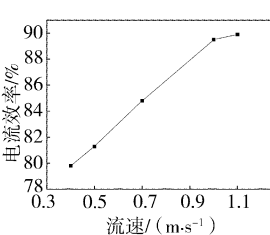


图7 流速与电流效率关系
($T=50^\circ\text{C}$, $U=45\text{V}$,
 $L=17\text{mm}$, $D=1.6\text{mm}$)

Figure 7 Relational curve of speed of flow and current efficiency

增大到一定程度后,随着主盐浓度增大而减小。这主要是因为主盐离子浓度增大,一方面增大了导电性;另一方面使得单位时间内到达阴极表面的 Ni^{2+} 增加使得沉积更容易进行;但是当主盐浓度增大到一定程度后,沉积电流反而减小,主要是浓度过大,导致溶液的黏度过大,在阴极表面分散的速度减小,挡住了后面的电解液。因此,射流电沉积中不能通过无限增大主盐浓度来提高沉积速率和电流效率。

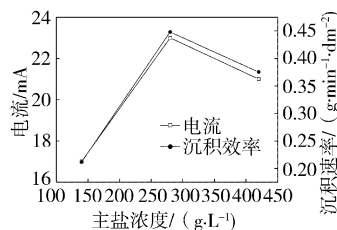


图8 主盐浓度与电流、沉积速率关系
($U=40\text{V}$, $T=50^\circ\text{C}$,
 $V=1\text{m/s}$, $L=17\text{mm}$, $D=1.6\text{mm}$)

Figure 8 Relational curve of main salinity and current, deposition rate

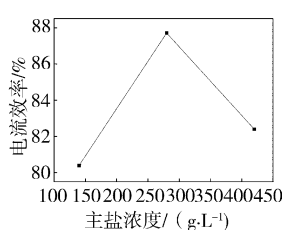


图9 主盐浓度与电流效率关系
($U=40\text{V}$, $T=50^\circ\text{C}$,
 $V=1\text{m/s}$, $L=17\text{mm}$, $D=1.6\text{mm}$)

Figure 9 Relational curve of main salinity and current efficiency

2.5 阳极喷嘴口径对电流、沉积速率、电流效率的影响

图10为阳极喷嘴口径与电流、沉积速率关系曲线,图11为阳极喷嘴口径与电流效率关系曲线。由图10、图11可见,在相同电压条件下,电流、沉积速率随着阳极喷嘴口径的增加而增加,电流效率随着阳极喷嘴口径的增加而增加,其原因是口径的增加减小了溶液电阻,使得消耗在电阻上的电压降减少,另外,阳极喷嘴口径较小时,其产生的极化也较大,导致析氢反应加剧,电流效率下降。对于瓦特镍来说,常规槽镀的电流效率在

(下转第67页)

- [J]. 材料保护, 2003, 36(6): 17-18
- [13] 张津, 孙智富, 汪菽扬, 等. 镁合金表面热喷涂工艺及防腐性研究[J]. 表面技术, 2003, 32(3): 8-9, 37
- [14] 梁永政. 镁合金 AZ91D 表面电弧喷铝的工艺研究[J]. 机械工程材料, 2005, 29(3): 29-31
- [15] 长崎诚三. 二元合金相图[M]. 刘安生译. 北京: 冶金工业出版社, 2004. 250-251
- [16] Tue T M, Wang A H, Man H C. Improvement in the corrosion resistance of magnesium ZK60SiC composite by excimer laser surface treatment [J]. Scripta Mater, 1998, 38(2): 191-198
- [17] Song Guangling. Influence of microstructure on the corrosion of die-cast AZ80D[J]. Corrosion Science, 1999, 41: 249-273
- [18] Song Guangling. Corrosion resistance of aged die cast magnesium alloy AZ91D[J]. Materials Science and Engineering, 2004, A366: 74-86

- [19] Mathieu. Corrosion behavior of high pressure die-cast and semi-solid cast AZ91D alloys [J]. Corrosion Science, 2002, 44: 2737-2756
- [20] 朱元右. 镁合金压铸技术的几个主要问题及其应用前景[EB/OL]. <http://www.cmpi.com.cn>, 2006-11-15
- [21] Alex J Z, Duane E B. Anodized coatings for magnesium alloys[J]. Metal Finishing, 1994, 92(3): 138-153
- [22] Gu J F, Bei D H, Pan J S. Improved nitrogen transport in surface nanocrystallized low-carbon steels during gaseous nitridation[J]. Materials Letters, 2002, 55: 340-343
- [23] 严旭. 复合材料零件表面喷涂铝涂层工艺[J]. 洪都科技, 1999, (4): 6-12
- [24] 陈志. 火焰喷涂技术在碳纤维/复合材料飞机机件上的应用[J]. 表面技术, 1998, 27(5): 31-33

(上接第49页)

96%以上, 可见射流电沉积下, 由于电流密度很大, 虽然极大地增加了 Ni^{2+} 的传输过程, 仍然存在浓差极化。

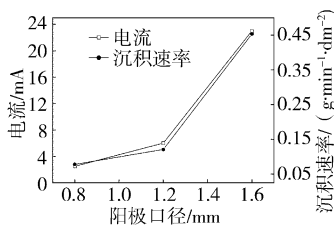


图10 阳极喷嘴口径与
电流、沉积速率关系
($U=45\text{V}$, $T=50^\circ\text{C}$,
 $V=1\text{m/s}$, $L=17\text{mm}$)

Figure 10 Relational curve of anode caliber and current, deposition rate

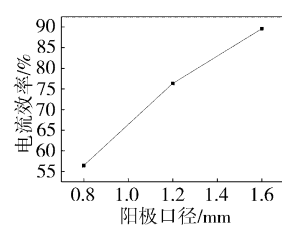


图11 阳极口径与电流
效率关系
($U=45\text{V}$, $T=50^\circ\text{C}$,
 $V=1\text{m/s}$, $L=17\text{mm}$)

Figure 11 Relational curve of anode caliber and current efficiency

3 结论

1) 电压的增大可以使得沉积电流、沉积速率、电流效率增大, 当电压增大到 45V 后, 电流效率不再增大, 而是趋于平稳, 电压增大到 55V 后, 沉积层烧焦。

2) 沉积电流、沉积速率、电流效率都随着温度的增加而增加, 当温度达到 50℃ 后, 电流效率随着温度的增加而减小, 当温度达到 70℃ 后, 沉积层开始烧焦。

3) 流速的增大使沉积电流、沉积速率、电流效率都增大, 本实验下流速是越大越好, 阳极喷嘴口径对沉积电流、沉积速率、电流效率的影响与流速类似。

4) 在浓度较低时, 沉积电流、沉积速率、电流效率随着主盐浓度的增大而增大, 当主盐浓度增大到一定程度时, 沉积电流、沉积速率和电流效率都随浓度增大而减小, 本实验中 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 浓度为 280g/L 时效果最好。

[参考文献]

- [1] 安茂忠. 电镀理论与技术[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2004. 122

- [2] 陈祝平. 特种电镀技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004. 78
- [3] Alkire R C, Chen Tan jen. High-speed selective electro-plating with single circular jets[J]. Electrochem. Soc, 1982, 129: 2424-2432
- [4] Karakus C, Chin D T. Metal distribution in jet plating[J]. Electrochem Soc, 1994, 141(3): 691-697

专利名称: 热喷涂粉和用这种热喷涂粉制备热喷涂层的方法

专利申请号: 200410034216.6 公开号: CN1540028

申请日: 2004-03-30

公开日: 2004-10-27

申请人: 日本福吉米株式会社

本发明涉及一种能够使得一种热喷涂层获取可靠的优越性能的热喷涂粉。根据本发明第一实施方式的热喷涂粉含有预定量的钼、硼、钴和铬。热喷涂层中钼、硼、钴和铬的总含量不低于 95% 重量。热喷涂粉的初生结晶相是含有钼、硼和钴、铬中至少一种的多元素陶瓷。根据本发明第二实施方式的热喷涂粉含有预定量的钼、硼、镍和铬。热喷涂层中钼、硼、镍和铬的总含量不低于 95% 重量。热喷涂粉的初生结晶相是含有钼、硼和镍、铬中至少一种的多元素陶瓷。

专利名称: 镀锌弥散钝化工艺

专利申请号: 200310111294.7 公开号: CN1540034

申请日: 2003-10-27

公开日: 2004-10-27

申请人: 东风汽车有限公司

本发明属于电化学工程领域, 涉及一种镀锌弥散钝化工艺, 是将小于 10mm 的固体微粒夹杂到镀锌钝化膜中, 形成复合层。该工艺将固体微粒夹杂到镀锌钝化膜中, 形成复合层, 使其性能发生重大变化, 提高了镀锌钝化膜的耐热性和耐腐蚀性; 而且采用水溶液, 不使用易燃品, 工序简单, 成本低, 而且没有了钝化膜摩擦力大的缺陷, 散热器密封不严而漏水问题彻底解决。