

化学镀镍层缓蚀工艺研究

周慧云¹, 李继红², 刘斌³, 曹祖军³, 刘光明³

(1. 南昌广播电视大学, 南昌 330046; 2. 西南技术工程研究所, 重庆 400039;
3. 南昌航空大学 材料科学与工程学院, 南昌 330063)

摘要: 目的 提高化学镀 Ni-P 镀层的耐蚀性能。方法 在钢铁基体表面化学镀 Ni-P 镀层, 采用植酸、硅酸钠、钼酸铵和双氧水中的一种或多种复配对镀层进行钝化处理。通过硝酸点滴法、贴滤纸法分析镀层耐蚀性的变化, 并通过正交实验确定四种物质复配的最佳浓度。结果 以植酸、硅酸钠、钼酸铵和双氧水为主要成分配制的复合缓蚀剂能使镀层耐硝酸效果良好, 电化学实验表明, 复合钝化膜的腐蚀电流密度降低和阻抗值增加都超过 1 个数量级。结论 所研究的复合缓蚀剂各组分间存在协同效应, 最佳配方为: 6 g/L 植酸, 6 g/L 硅酸钠, 4 g/L 钼酸铵, 30 mL/L 双氧水。

关键词: 化学镀 Ni-P 镀层; 植酸; 硅酸钠; 钼酸铵; 双氧水; 耐蚀性

中图分类号: TQ153.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2014)05-0081-06

Study on Corrosion Inhibition Process of Electroless Nickel Coating

ZHOU Hui-yun¹, LI Ji-hong², LIU Bin³, CAO Zu-jun³, LIU Guang-ming³

(1. Nanchang Radio and Television University, Nanchang 330046, China;
2. Southwest Technology and Engineering Research Institute, Chongqing 400039, China;
3. School of Materials Science and Engineering, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China)

ABSTRACT: **Objective** To improve the corrosion resistance of electroless Ni-P coating. **Methods** Passivation treatment for corrosion inhibition was conducted with phytic acid, sodium silicate, ammonium molybdate and hydrogen peroxide on the electroless Ni-P coating prepared on the steel substrate. The variation of corrosion resistance was investigated by dropping test and filter paper method. The optimal compositions of passivation solution were obtained by orthogonal experiments. **Results** The results showed that the complex inhibitor solution composed of phytic acid, sodium silicate, ammonium molybdate and hydrogen peroxide had good corrosion resistance in nitric acid dropping test. The electrochemical test showed that the corrosion current density of the composite passivation coating decreased and the impedance values increased by more than one order of magnitude. **Conclusion** The synergistic effect among the components in the passivation solution was observed. The optimized compositions of passivation solution were 6 g/L of phytic acid, 6 g/L of sodium silicate, 4 g/L of ammonium molybdate, and 30 mL/L of hydrogen peroxide.

KEY WORDS: electroless Ni-P coating; phytic acid; sodium silicate; ammonium molybdate; hydrogen peroxide; corrosion resistance

收稿日期: 2014-07-30; 修订日期: 2014-08-25

Received: 2014-07-30; Revised: 2014-08-25

基金项目: 国家自然科学基金(51161022); 江西省教育厅项目(DB201301133, DB201301050)

Fund: Supported by the National Science Foundation of China (51161022), and the Science and Technology Foundation of Department of Education of Jiangxi Province (DB201301133, DB201301050)

作者简介: 周慧云(1964—), 女, 江西南昌人, 主要研究方向为化学。

Biography: ZHOU Hui-yun(1964—), Female, from Nanchang, Jiangxi, Research focus: chemistry.

化学镀 Ni-P 镀层具有优良的物理、化学和机械性能,已广泛应用于航空、汽车、化工和电子等行业,特别是电子与微电子行业^[1]。但 Ni-P 镀层在潮湿空气或工业大气中易发生变色,从而电气性能发生改变^[2]。对于阴极性的 Ni-P 镀层,其耐蚀性的优劣取决于镀层完整性、致密性及厚度,而应用在 PCB 行业中的 Ni-P 镀层一般只有几微米厚,孔隙率较高,因此要提高耐蚀性,需进行适当的后处理。

工业上对化学镀 Ni-P 镀层进行的防腐后处理主要是六价铬钝化^[3],但六价铬的强致癌性和环境污染问题限制了其应用,无铬化后处理必然是未来的发展方向。目前,采用无机盐无铬钝化处理金属表面的研究很多^[4-9],但大多集中在镀锌钢板、铜、镀锡板及不锈钢上,针对 Ni-P 镀层的无铬钝化研究鲜有报道^[10]。文中研究了一种能有效提升 Ni-P 镀层耐蚀性的复合钝化工艺,利用正交试验确定了复合钝化液的最佳组分和浓度,并对其钝化机理进行了初步的分析。

1 实验

1.1 钝化

所用基材为 Q235 钢,处理流程为:化学除油→水洗→酸洗→乙醇洗→去离子水冲洗→化学镀镍 12 min→水洗→钝化液处理→温水冲洗→吹干。

钝化液成分及钝化工艺参数为:植酸 2~10 g/L,硅酸钠 2~10 g/L,钼酸铵 1~6 g/L,双氧水 5~30 mL/L;pH 值 10,温度 60 ℃,时间 10 min。

1.2 表征及测试

1) 用贴滤纸法测定试片的孔隙率^[11],测 3 次,取平均值。孔隙率 $K=N/S$ (N 表示孔隙数目, S 表示测试面积)。

2) 用硝酸点滴实验检测试片的抗氧化能力。硝酸体积分数为 50%,记录滴下硝酸至出现第一个黑点或气泡的时间。每个试片测 4 个点,计算点滴时间平均值 t 。

3) 利用盐水浸泡实验考察钝化试片的耐蚀性。NaCl 质量分数为 5.0%,温度为室温。具体操作参考 SH/T 0025—2005。

4) 电化学测试在 CHI650d 型电化学工作站上进行,采用三电极体系,腐蚀介质为 3.5% (质量分数) 的 NaCl 溶液。动电位极化曲线扫描速率为 10 mV/s,

扫描范围为 ± 300 mV (相对于开路电位);电化学阻抗谱测试交流正弦激励信号幅值为 5 mV,频率范围为 $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^5$ Hz。

2 单组分钝化液对镀层的钝化处理

植酸、硅酸钠、钼酸铵和双氧水对镀镍层均有一定的钝化效果^[12-14],鉴于此,先进行单因素实验。配制多种浓度不同的单组分处理液:植酸和硅酸钠质量浓度为 2,4,6,8,10 g/L,钼酸铵为 1,2,3,4,5,6 g/L,双氧水为 5,10,15,20,25,30 mL/L。试片经上述溶液钝化处理后,进行硝酸点滴实验和孔隙率测试,结果如图 1 所示。

由图 1a 可知,随着植酸浓度的增加,试片耐硝酸点滴时间不断延长,孔隙率不断变小,但植酸浓度达到一定值后,两者数值变化趋于平稳。这说明植酸具有良好的缓蚀作用,且缓蚀效果随浓度增加而增强。

由图 1b 可知,硅酸钠能明显地降低镀层孔隙率,延长镀层耐硝酸点滴时间,表明硅酸钠对 Ni-P 镀层有较好的缓蚀效果。但当硅酸钠浓度超过一定值后,缓蚀效果反而有所下降。原因可能是^[15]:带负电的 SiO_3^{2-} 或 SiO_2 胶团进入镀层孔隙并与镍原子或镍离子发生配位反应,形成了硅酸镍沉淀物,起到了封闭孔隙,提高镀层完整性的作用;但质量浓度过高时,胶团尺寸过大,难以进入孔隙,封孔能力反而变弱。

由图 1c 可知,在一定浓度范围内,镀层的耐蚀性与钼酸铵浓度成正比,但钼酸铵浓度超过一定值后,钝化效果反而有所减弱,且镀层会出现轻微变色现象,故钼酸铵浓度不应太高。

由图 1d 可知,试片经双氧水处理后,硝酸点滴时间显著延长,随着浓度的升高,时间接近 1 min。相对而言,孔隙率的变化不是很明显。这说明双氧水主要提升镀层的抗氧化性能。

3 多组分协同作用的影响

通过上节分析可知,植酸、硅酸钠、钼酸铵、双氧水对 Ni-P 镀层都能起到一定的缓蚀作用,但效果有限。利用协同效应进行复配可进一步提升缓蚀剂性能。为验证上述各组间是否存在协同效应,设计了如下实验:

1) 在 2 g/L 植酸溶液中添加钼酸铵,考察钼酸铵浓度对植酸钝化膜的影响,结果见图 2。图 2 表明,在

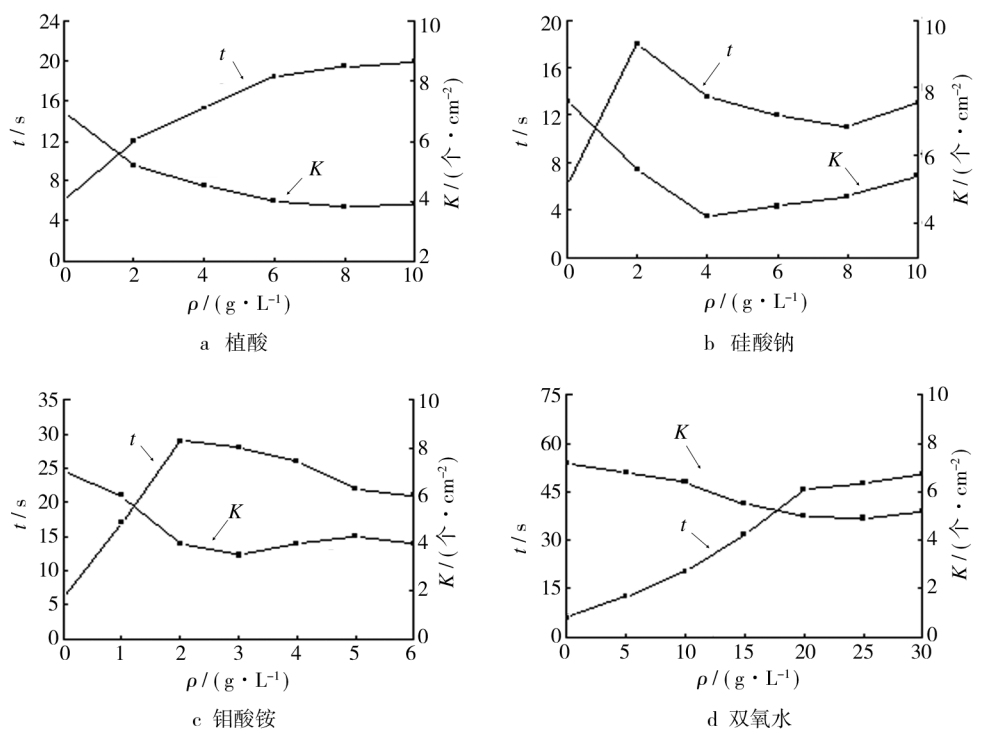


图 1 单组分钝化液浓度对镀层耐蚀性的影响

Fig. 1 Influence of single-component passivation solution concentration on the corrosion resistance of the coating

0 ~ 5 g/L 范围内,随着钼酸铵质量浓度的升高,镀层耐硝酸点滴时间先增加,后减少,孔隙率则减小至一定值后趋于平稳,说明镀层抗腐蚀性能先提高,后降低。与单组分植酸对镀层耐蚀性影响的结果对比发现,钼酸铵的加入增强了植酸的缓蚀效果,即植酸与钼酸铵之间存在协同效应。在其他有色金属钝化中也发现有相似的现象^[16]。

化效果,但浓度过高时,镀层抗腐蚀性能反而下降。与单组分钼酸铵对镀层耐蚀性影响的结果对比发现,硅酸钠与钼酸铵之间协同效应不明显。

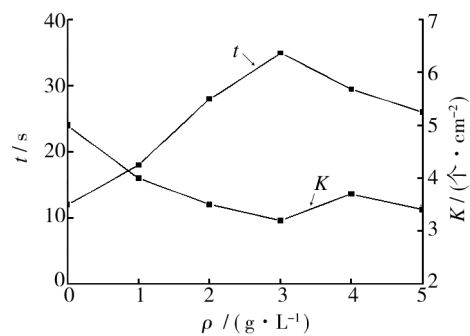


图 2 钼酸铵浓度对镀层耐蚀性的影响

Fig. 2 Influence of $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ on the corrosion resistance of the coating

2) 在 2 g/L 钼酸铵溶液中添加硅酸钠,分析硅酸钠浓度对钼酸铵钝化膜的影响,结果见图 3。图 3 表明,添加的硅酸钠在浓度不高时,可以提高镀层的钝

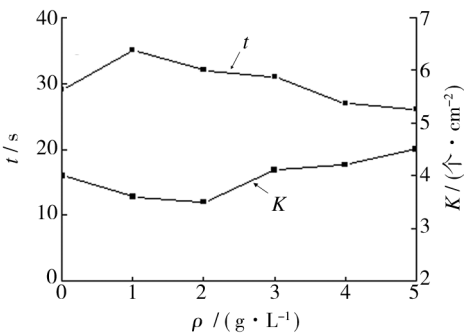


图 3 硅酸钠浓度对镀层耐蚀性的影响

Fig. 3 Influence of Na_2SiO_3 on the corrosion resistance of the coating

3) 在 2 g/L 硅酸钠溶液中添加植酸,分析植酸浓度对硅酸钠钝化膜的影响,结果见图 4。图 4 表明,植酸的加入明显提高了镀层的抗腐蚀性能,且随着植酸浓度的升高,缓蚀效果更佳,耐硝酸点滴时间都维持在 20 s 以上,说明植酸和硅酸钠之间存在较明显的协同效应。

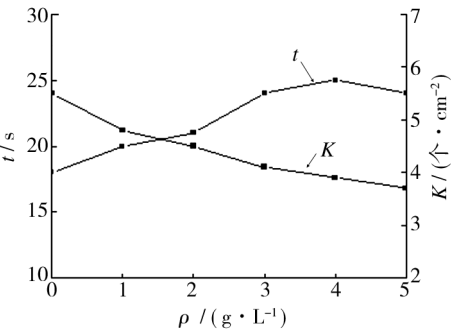


图 4 植酸浓度对镀层耐蚀性的影响

Fig.4 Influence of $\text{C}_6\text{H}_{18}\text{O}_{24}\text{P}_6$ on the corrosion resistance of the coating

4 正交实验设计及分析

通过上节分析发现,各组分彼此间存在一定的协同效应,为确定各组分最佳质量浓度,以四种物质的浓度为因素,根据所得实验数据确定各因素的水平,设计 $L_9(3^4)$ 正交试验,见表 1。以耐硝酸点滴时间和孔隙率为评价指标,正交实验结果见表 2。对表 2 进行直观分析,结果列于表 3。

表 1 正交实验因素与水平

Tab.1 Factors and levers of orthogonal experiment

水平	因素			
	A 植酸 / ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	B 硅酸钠 / ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	C 钼酸铵 / ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	D H_2O_2 / ($\text{mL} \cdot \text{L}^{-1}$)
1	3	3	2	10
2	6	6	4	20
3	9	10	6	30

表 2 正交实验方案及结果

Tab.2 Orthogonal experiment table

实验号	因素 A 植酸 / ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	因素 B 硅酸钠 / ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	因素 C 钼酸铵 / ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	因素 D H_2O_2 / ($\text{mL} \cdot \text{L}^{-1}$)	t / s	$K /$ ($\text{个} \cdot \text{cm}^{-2}$)
	植酸 / ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	硅酸钠 / ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	钼酸铵 / ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	H_2O_2 / ($\text{mL} \cdot \text{L}^{-1}$)	t / s	$K /$ ($\text{个} \cdot \text{cm}^{-2}$)
1	3	3	2	10	48	3.1
2	3	6	4	20	56	3.0
3	3	10	6	30	63	3.3
4	6	3	4	30	67	2.6
5	6	6	6	10	58	2.7
6	6	10	2	20	52	2.9
7	9	3	6	20	61	2.2
8	9	6	2	30	70	2.4
9	9	10	4	10	53	2.5

表 3 正交实验直观分析结果

Tab.3 Direct-viewing analysis results of orthogonal experiment

评价指标	A 植酸	B 硅酸钠	C 钼酸铵	D H_2O_2
t / s	k_1	55.67	58.67	56.67
	k_2	59.00	61.33	58.67
	k_3	61.33	56.00	60.67
	极差 R	5.67	5.33	4.00
$K /$ ($\text{个} \cdot \text{cm}^{-2}$)	k_1	3.10	2.80	3.00
	k_2	2.70	2.70	2.63
	k_3	2.73	3.03	2.90
	极差 R	0.40	0.33	0.37

从表 3 各因素所对应的极差 R 可以看出,各因素对硝酸点滴时间的影响由大到小依次为 $D>A>B>C$,对孔隙率的影响由大到小依次为 $A=D>C>B$ 。各评价指标相对应的最佳组合分别为:硝酸点滴时间 $A3B2C3D3$,孔隙率 $A2B2C2D3$ 。考虑到孔隙率对镀层的耐蚀性能起决定性作用,再结合经济成本,综合分析,确定最佳组合为 $A2B2C2D3$,即 6 g/L 植酸,6 g/L 硅酸钠,4 g/L 钼酸铵,30 mL/L 双氧水。

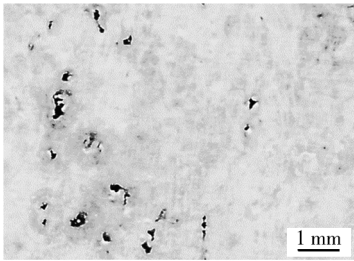
双氧水在弱酸或中性条件下比较稳定,在碱性条件下被活化,可氧化 Ni-P 镀层,使其在碱性条件下也能产生一定量的 Ni^{2+} 。硅酸钠和钼酸铵中的 SiO_3^{2-} 和 MO_4^{2-} 可与 Ni^{2+} 形成配合物,沉积在镀层孔隙内或镀层表面。植酸含有 12 个未反应的磷羟基,可与 Ni^{2+} 形成螯合物,且磷羟基之间还可通过氢键或脱水反应形成交联结构,从而在镀层表面形成植酸保护膜。通过植酸膜和沉淀物膜的相互补充,有效提升了 Ni-P 镀层的抗腐蚀性能。

5 性能测试

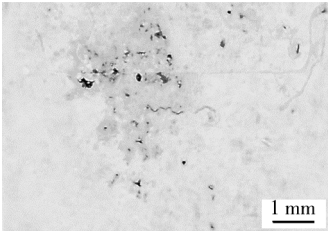
试片经缓蚀液处理后,进行硝酸点滴和孔隙率测试。结果显示,硝酸点滴时间在 1 min 以上,孔隙率在 $2.5 \text{ 个}/\text{cm}^2$ 以下,优于单一组分处理液的钝化效果。这说明优化配比的缓蚀液有效提升了镀层的抗氧化性能,降低了镀层孔隙率。

图 5 是试片在 5.0% NaCl 溶液中浸泡 120 h 后,镀层表面的腐蚀形貌。可以看出,未进行任何处理的 Ni-P 镀层表面发生了严重的腐蚀,出现了明显的锈迹斑点,且多为由孔隙引发的孔蚀,印证了前述薄化学镀 Ni-P 镀层孔隙率较高,易形成直达基材的腐蚀点

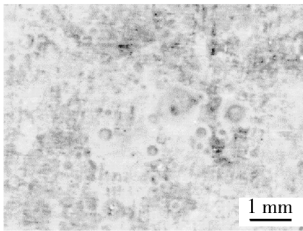
的观点。钼酸铵钝化试片表面的腐蚀也比较严重,锈孔清晰可见,说明钼酸铵钝化膜经过长时间的盐水浸



a Ni-P镀层



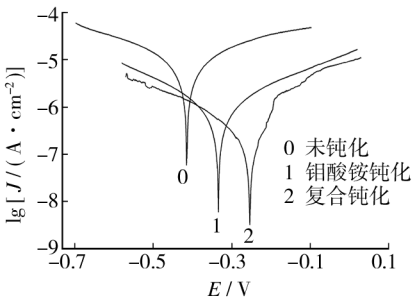
b 钼酸铵钝化膜



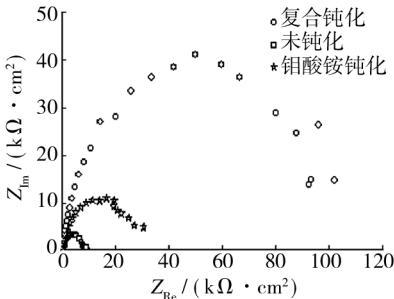
c 复合钝化膜

图 5 试片的腐蚀形貌

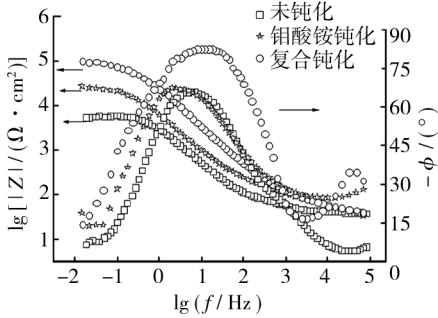
Fig.5 The corrosion morphology of samples



a Tafel



b Nyquist



c Bode

图 6 电化学测试结果

Fig.6 The result of electrochemical test

6 结论

- 1) 以植酸、硅酸钠、钼酸铵和双氧水为主要成分配制的复合缓蚀剂能使镀层耐硝酸点滴时间大大延长,孔隙率显著下降,抗腐蚀能力大大增强,腐蚀电流密度降低和阻抗值增加都超过 1 个数量级。
- 2) 配方中的各组元之间存在协同效应,复合缓蚀剂的最佳配方为:6 g/L 植酸,6 g/L 硅酸钠,4 g/L 钼酸铵,30 mL/L 双氧水。

参考文献

[1] 李宁. 化学镀实用技术[M]. 北京:化学工业出版社,

泡后,发生了严重破损,基本丧失了对镀层的防护能力。复合钝化试片的锈点比较少,表明该钝化膜在较长时间的盐水浸泡实验中有效阻滞了腐蚀介质对镀层的侵蚀作用,具有良好的防护效果。

复合钝化试片的动电位极化曲线和电化学阻抗测试结果如图 6 所示。为进行比较,将未钝化试片和单一组分中钝化效果最好的钼酸铵钝化试片测试结果也列于图 6。

从 Tafel 极化曲线可以看出,复合钝化试片的自腐蚀电位比钼酸铵钝化试片正,且自腐蚀电流密度达到 $2.949 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$,下降幅度超过 1 个数量级,说明复合缓蚀剂的钝化效果明显优于钼酸铵。

由 Nyquist 图可见,复合钝化试片的容抗弧最大,说明其阻抗值更大,缓蚀效果更优。Bode 模图($\lg f$ - $\lg Z$ 曲线)中显示,复合钝化试片的阻抗值与空白试片相比,提高幅值超过 1 个数量级。Bode 相图($\lg f$ - ϕ 曲线)显示,复合钝化试片的相位角曲线在高频区还出现了 1 个时间常数,中低频区的相位角变大且向高频区移动,这表明镀层表面的膜层结构发生了改变。

2004.
LI Ning. Practical Technology of Electroless Plating[M]. Beijing:Chemical Industry Press,2004.
[2] 方景礼,刘琴,王济奎,等. NT-1 镀镍防变色工艺研究[J]. 材料保护,1992,9(4):16—20.
FANG Jing-li, LIU Qin, WANG Ji-kui, et al. Antitarnish Technology of Electroplating Ni Deposit with NT-1 Antitarnish Agent[J]. Materials Protection, 1992, 9(4):16—20.
[3] 郭莉莉,孙莹. 化学镀镍制品铬酸钝化与否的判断[J]. 中国表面工程,2007,20(2):4.
GUO Li-li,SUN Ying. The Evaluation of Passivation for the Products of Chromate Conversion Coating by Electroless Nickel Plating[J]. China Surface Engineering, 2007, 20(2):4.

- [4] LIU Guang-ming, YU Fei, YANG Liu, et al. Cerium-Tannic Acid Passivation Treatment on Galvanized Steel[J]. Rare Metals, 2009, 28(3): 284—288.
- [5] 许乔瑜, 左茜. 热浸镀锌层偏钒酸盐转化膜成膜工艺的研究[J]. 表面技术, 2010, 39(4): 69—72.
- XU Qiao-yu, ZUO Xi. Study on Process of Metavanadate Conversion Coating on Hot-dipped Galvanizing Coating[J]. Surface Technology, 2010, 39(4): 69—72.
- [6] BASKER Veeraraghavan, DRAGAN Slavkov, SWAMINATHA Prabhu, et al. Synthesis and Characterization of a Novel Non-chrome Electrolytic Surface Treatment Process to Protect Zinc Coatings [J]. Surface and Coatings Technology, 2003, 167(1): 41—51.
- [7] LIU Guang-ming, YANG Liu, YU Fei, et al. Cerium-Phytic Acid Passivation Treatment on Galvanized Steel [J]. Key Engineering Materials, 2008, 373/374: 228—231.
- [8] 杨柳, 刘光明, 钱余海, 等. 镀锌钢板钼盐钝化的电化学性能研究[J]. 表面技术, 2006, 35(6): 11—14.
- YANG Liu, LIU Guang-ming, QIAN Yu-hai, et al. Electrochemical Behavior of the Cerium Passivating Film on Galvanized Steel[J]. Surface Technology, 2006, 35(6): 11—14.
- [9] 李玉明, 刘静敏, 马志超, 等. 钼酸盐与磷酸盐、硅酸盐复配缓蚀剂的研究[J]. 腐蚀与防护, 2004, 25(6): 248—251.
- LI Yu-ming, LIU Jing-min, MA Zhi-chao, et al. Inhibitors of Molybdate Combined with Phosphate or Silicate[J]. Corrosion and Protection, 2004, 25(6): 248—251.
- [10] 唐锋, 胡光辉, 黄华娥, 等. 化学镀镍层无铬钝化工艺的研究[J]. 电镀与精饰, 2012, 34(5): 28—32.
- TANG Feng, HU Guang-hui, HUANG Hua-e, et al. Chromium Free Passivation Methods for Electroless Nickel Coating [J]. Plating & Finishing, 2012, 34(5): 28—32.
- [11] 张允诚, 胡如南, 向荣. 电镀手册[M]. 北京: 国防工业出版社, 1997.
- ZHANG Yun-cheng, HU Ru-nan, XIANG Rong. Plating Handbook [M]. Beijing: National Defence Industry Press, 1997.
- [12] 崔秀芳, 李庆芬. 镁合金表面植酸转化膜研究 I 植酸转化膜成膜机理与耐蚀性研究[J]. 腐蚀科学与防护技术, 2007, 19(3): 203—206.
- CUI Xiu-fang, LI Qing-fen. Study on Phytic Acid Conversion Coatings for Magnesium Alloy I Formation Mechanism and Corrosion Resistance of Phytic Acid Conversion Coatings [J]. Corrosion Science and Protection Technology, 2007, 19(3): 203—206.
- [13] 施绍队. 镀锌层硅酸盐无铬黑色钝化工艺研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2012.
- SHI Shao-dui. A Research of Galvanized Layer Silicate Chromium-free Black Passivation Process [D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2012.
- [14] 马奇, 杨道武, 任卓, 等. 双氧水钝化对碳钢耐腐蚀行为的研究[J]. 清洗世界, 2012, 28(5): 11—14.
- MA Qi, YANG Dao-wu, REN Zhuo, et al. Effect of Hydrogen Peroxide Passivation Content on Corrosion Resistance of Carbon Steel[J]. Cleaning World, 2012, 28(5): 11—14.
- [15] 韩克平, 叶向荣. 镀锌层表面硅酸盐防腐膜的研究[J]. 腐蚀科学与防护技术, 1997, 9(2): 167—170.
- HAN Ke-ping, YE Xiang-rong. Studies of Silicate Anticorrosive Film on Zinc Plate Surface[J]. Corrosion Science and Protection Technology, 1997, 9(2): 167—170.
- [16] LIU Guang-ming, LIU Yang, DU Nan. Study of Molybdate-Phytic Acid Passivation on Galvanized Steel[J]. Corrosion Engineering Science and Technology, 2011, 46(4): 542—546.

(上接第 50 页)

- [11] ROBSON A J, GRISHIN I, YOUNG R J. High-accuracy Analysis of Nanoscale Semiconductor Layers using Beam-exit Ar-ion Polishing and Scanning Probe Microscopy[J]. Applied Materials & Interfaces, 2013, 5(8): 3241—3245.
- [12] 朱春燕, 朱昌. 磁控反应溅射 AlN 薄膜光学性能研究[J]. 表面技术, 2008, 37(1): 17—18.
- ZHU Chun-yan, ZHU Chang. The Optical Properties of AlN Film by Magnetron Reactive Sputtering[J]. Surface Technology, 2008, 37(1): 17—18.
- [13] 曾莹莹, 艾永平. 铜-钨(钼)薄膜制备及应用的研究进展[J]. 表面技术, 2010, 39(3): 90—93.
- ZENG Ying-ying, AI Yong-ping. Preparation and Application of Cu-W (Mo) Thin Films [J]. Surface Technology, 2010, 39(3): 90—93.
- [14] 王稳奇, 朱昌. 霍尔无栅离子源的研制及应用[J]. 表面技术, 2012, 41(2): 58—60.
- WNAG Wen-qi, ZHU Chang. The Development and Application of Hall No Gate Ion Source [J]. Surface Technology, 2012, 41(2): 58—60.
- [15] SETHIL K M, BNI P M. Neutron Reflectivity and Interface Roughness in Ni/Ti and FeCoV/TiN_x Supermirrors[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 2004, 529: 90—93.
- [16] 吴永荣. 中子超反射镜设计方法的研究[D]. 上海: 同济大学, 2007.
- WU Yong-rong. Research of Design Method of the Neutron Supermirrors [D]. Shanghai: Tongji University, 2007.
- [17] JIANG Z, VIDAL B, BRUNEL M, et al. Characterization of Neutron Mirrors and Super-mirrors Using X-ray and Neutron Measurements[J]. SPIE, 1992, 1738: 141—149.