

工艺条件对化学镀 Ni-Co-P 合金的影响

王森林^{1,2}, 孙永国¹, 郑一雄¹, 吴辉煌²

(1. 国立华侨大学材料科学与工程学院, 福建 泉州 362011; 2. 厦门大学化学系, 福建 厦门, 361005)

[摘要] 采用硼酸为缓冲剂, 柠檬酸钠为络合剂化学镀 Ni-Co-P 合金。考察了镀液 pH 值、钴离子浓度和温度对化学镀 Ni-Co-P 沉积速度的影响; 研究了钴离子浓度对镀层组成的影响, 获得了化学镀 Ni-Co-P 合金的最佳工艺条件为: 镀液 pH 值为 7.0, 操作温度 90 °C, CoSO₄·7H₂O 浓度为 11 g/L。此工艺下镀液稳定性好, 镀层沉积速度快; 所得镀层为非晶结构。

[关键词] 化学镀; Ni-Co-P; 工艺条件

[中图分类号] TQ153.2

[文献标识码] A

[文章编号] 1001-1560(2002)10-0018-02

Effect of Process Conditions on Electroless Ni-Co-P alloy

WANG Sen-lin^{1,2}, SUN Yong-guo¹, ZHENG Yi-xiong¹, WU Hui-huang²

(1. College of Materials Science and Engineering, Huaqiao University, Quanzhou 362011; 2. State Key Laboratory for Physics Chemistry of Solid Surfaces, Department of Chemistry, Xiamen University, Xiamen 361005, China)

Abstract: The electroless Ni-Co-P alloys were deposited from bath using H₃BO₃ as buffer agent and sodium citrate as complexing agent. The effects of pH, concentration of Co²⁺ and temperature on depositing rate were studied including the effect of concentration of Co²⁺ on the composition of deposit. Formula of electroless Ni-Co-P alloys plating was optimized so as to obtain high depositing rate and good stable bath that pH was 7.0, temperature was 90 °C and CoSO₄·7H₂O content was 11 g/L. The Ni-Co-P plating was an amorphous structure.

Key words: electroless plating; Ni-Co-P alloy; process conditions

Ni-Co-P 合金薄膜具有较高的矫顽力、较小的剩磁和良好的耐腐蚀性等, 在工业上具有广泛的用途。目前已对其制备工艺、镀层性能和结构进行了研究^[1,2]。用化学镀 Ni-Co-P 的方法可在任何形状复杂的基体上形成厚度均匀的合金薄膜, 具有经济、能耗低和操作方便等优点。但是目前所报道的化学镀 Ni-Co-P 合金工艺大都存在镀速慢、镀层质量差等问题, 而且大部分镀液采用氨性缓冲介质, 当操作温度较高时, 由于氨气挥发, 造成镀液 pH 值变化大。本研究用硼酸缓冲体系, 可有效控制镀液 pH 值, 而且沉积过程无刺激性气味。本文探讨了镀液钴离子浓度、pH 值和温度对化学镀 Ni-Co-P 沉积速度的影响, 同时研究了钴离子浓度对镀层组成的影响, 测定了镀层结构, 为进一步研究 Ni-Co-P 合金性能打下基础。

1 试验

1.1 试样制备

镀覆试样为 20.0 mm×30.0 mm×3.0 mm 的低碳钢片(A3),

施镀的工艺流程如下: 机械打磨抛光→碱性化学除油→水洗→20%混酸(V_{硫酸}:V_{盐酸}=1:1)除氧化膜→10%盐酸活化→水洗→化学镀 Ni-Co-P→水洗→烘干。

1.2 化学镀工艺参数

NiSO₄·6H₂O 14 g/L, CoSO₄·7H₂O 8~14 g/L, NaH₂PO₂·H₂O 20 g/L, H₃BO₃ 30 g/L, Na₃C₆H₅O₇·2H₂O 60 g/L, 载流量 48 cm²/L, pH 值 6.5~9.0(用 NaOH 调节), 温度 90 °C。

1.3 镀层测试

采用称重法测量沉积速度 *V*, 化学容量分析法测定镀层组成^[3]。镀层结构用日本 Rigaku 公司生产的 MIX-RC 转靶 X 射线衍射仪, 采用 Cu 靶 Ka 射线测定, 扫描速度 8 °/min。

2 结果与讨论

2.1 工艺条件对化学镀 Ni-Co-P 沉积速度的影响

镀液 pH 值对化学镀的沉积速度影响很大, 因此首先考察 pH 值对化学镀 Ni-Co-P 合金沉积速度的影响, 结果见图 1。该镀液的 CoSO₄·7H₂O 含量为 13 g/L, 操作温度 90 °C。从图 1 可看出, 随 pH 值增大, 沉积速度急剧增大, 但是 pH>7.5 后, 镀层外观很差(凹凸不平, 色泽不均, 甚至变黑), 因此选择 pH=7.0 为最佳。

[收稿日期] 2002-06-07

[基金项目] 国家自然科学基金资助课题(批准号: 20073035)

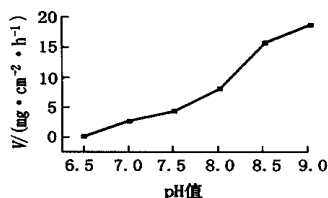


图1 pH 值对沉积速度的影响

调节镀液 pH=7.0 温度 90 °C, NiSO₄·6H₂O 浓度 14 g/L, NaH₂PO₂·H₂O 浓度 20 g/L, 镀液中 CoSO₄·7H₂O 浓度从 8 g/L 递增至 14 g/L, 考察钴离子浓度对沉积速度的影响, 结果见图 2。由图 2 可见, 随着 [Co²⁺] 浓度增加, 沉积速度先增大, 达到一个最高值, 然后下降。这是因为影响沉积速度的主要因素是主盐与还原剂的浓度比, 当浓度比为 0.25~0.60 时, 沉积速度最大^[4], 此外钴的沉积电位比镍低些, 因此钴离子浓度越大, 沉积速度越小。本文主盐与还原剂浓度比为 0.49 时沉积速度最大。

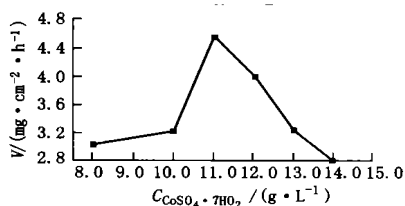


图2 硫酸钴浓度对沉积速度的影响

调节镀液 pH 值为 7.0, CoSO₄·7H₂O 浓度为 11 g/L, 考察温度对沉积速度的影响结果见图 3。由图可见, 随着温度的升高, 沉积速度增大, 但温度太高时, 镀液稳定性变差, 故选择 90 °C 为施镀温度。

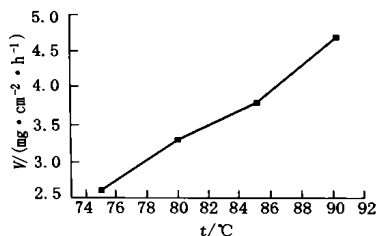


图3 温度对沉积速度的影响

2.2 钴离子浓度对镀层组成的影响

调节镀液 pH=7.0 温度 90 °C, 考察钴离子浓度对镀层组成的影响见图 4。从图 4 可看出, 当镀液中 CoSO₄·7H₂O 浓度小于 11g/L 时, 随着镀液中钴离子浓度提高, 镀层中钴含量缓慢增加, 镍含量缓慢减小; 当 CoSO₄·7H₂O 大于 11 g/L 时, 随着镀液中钴离子浓度增大, 镀层中钴含量显著增加, 镍含量显著减小。另外, 镀

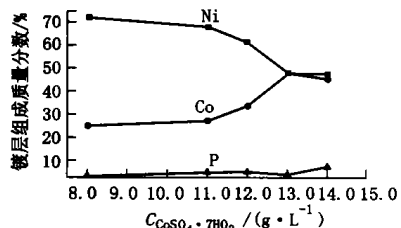


图4 钴离子浓度对镀层组成的影响

液中钴离子浓度对镀层磷含量影响不大。

2.3 镀层结构测试

XRD 测试表明, 在本研究的施镀条件下所得镀层的结构为非晶结构。

3 结论

(1) 在以硼酸为缓冲剂, 柠檬酸钠为络合剂的化学镀 Ni-Co-P 镀液体系中, 最佳工艺条件为 pH=7.0 温度 90 °C 时, 镀液稳定, 镀层外觀光亮平滑。且当 CoSO₄·7H₂O 浓度为 11 g/L 时沉积速度最快。

(2) 随镀液钴离子浓度增大, 镀层中钴含量增大, 镍含量变小, 但对镀层磷含量影响不大。

(3) 在最佳施镀条件下所得镀层为非晶结构。

[参 考 文 献]

- [1] 刘 珍. 溶液 pH 值对化学镀 Ni-Co-P 合金的影响[J]. 电镀与精饰, 1999, 21(1): 17.
- [2] Matsubara H. Control of Magnetic Properties of Chemically Deposited Cobalt Nickel Phosphorus Films by Electrolysis[J]. Journal of Electrochemistry Society, 1994, 141(9): 2 386.
- [3] 徐红娣, 李光萃. 常见电镀液和镀层成分分析(第三版)[M]. 北京: 机械工业出版社, 1993.
- [4] 姜晓霞, 沈 伟. 化学镀理论及实践[M]. 北京: 国防工业出版社, 2000. [责任编辑: 魏兆军]

欢迎订阅 2003 年 功能材料

21 世纪知识经济科技创新的必备读物

报道原始论文发表研究报告综述最新进展提供简报信息

《功能材料》是重庆仪表材料研究所和中国仪器仪表学会会议材料学会共同主办的材料专业学术类期刊, 主要报道功能材料科学与工程各领域最新成果的原始论文和研究报告以及新材料、新技术的进展综合论述。所刊登的科技成果中大多为国家或省部级科学基金项目。创刊 32 年来,《功能材料》已列为中文核心期刊; 中国重要文摘和 CA、EI、金属文摘 METADEX 等文献源期刊; 中国学位与研究生教育重要期刊; 中国科技论文统计源期刊; 中国科学引文数据库技术类核心期刊; 中文材料科学核心期刊; 中国期刊网、中国学术期刊(光盘版)全文收录期刊; 中国学术期刊综合评价数据库来源期刊;《CAJ-CD 规范》执行优秀期刊。《功能材料》学术作风严谨, 科技视野开阔, 在国内外材料科学与工程界具有重要影响。

《功能材料》拥有阵容强大的高水平的编辑委员会。中国科学院和中国工程院院士吕昌绪、严东生、林兰英、徐叙瑛、干福熹、徐僖、黄尚廉任本刊顾问; 以蒋民华院士为主任的 150 位材料界著名学者、专家任本刊编委和通讯编委。

《功能材料》为双月刊, 每期 112 页, 每册定价 10 元。邮发代号: 78-6。全国各地邮局均可订阅。

编辑部通讯处: (400700) 重庆 1512 信箱

地 址: 重庆市北碚区龙凤桥南

电 话: 023-68264739 传 真: 023-68264719