

化学镀法制备镍包覆铝粉^①

熊晓东 田彦文 翟秀静 翟玉春

(东北大学有色金属系冶金物化教研室, 沈阳 110006)

摘 要 用化学镀法在活性铝粉表面包覆纯镍层制备 Ni-Al 复合粉末。结果表明, 控制温度为 86 ~ 89 °C、pH = 12.5 ~ 13.2、硫酸镍加入量为 35.0 ~ 45.0 g/L、还原剂加入量为 75 ~ 95 mL/L 时可获得镀覆质量良好的粉末, 且镍呈结晶态析出。此外还讨论了这些工艺参数对镀覆质量的影响。

关键词 化学镀 复合粉末 镀覆质量 工艺条件

化学镀方法已在一些领域得到应用, 在化学镀液中添加粉体, 可得到复合化学镀层。以前人们所添加的粉体均为不参加化学反应的惰性粒子^[1-4]。本研究以参加化学反应的活性粒子金属粉为被镀材料, 在铝粉粒子表面镀覆镍, 制备镍包覆铝粉的复合粉末, 这方面的研究尚未见有公开报道。

镍铝复合粉末有很多重要用途, 可作热喷涂材料、金属陶瓷复合材料、有机化工催化剂、高温合金的粉末成型材料、固体燃料等。

采用化学镀方法制备 Ni-Al 复合粉末成本低、镀覆均匀、质密、牢固。因此, 本研究既具有理论意义又具有实际价值。

1 实验

1.1 实验装置

化学镀过程在超级恒温水浴内进行, 控温精度为 ± 0.1 °C。酸度计为 PHS-10B 型。使用立式搅拌器。粉末在箱式控温箱内烘干。百分之一托盘天平称量。

1.2 试剂

硫酸镍 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, AR; 联氨 $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 含量 85%, AR; 络合剂, AR; 氨水 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 含量 26% ~ 28%, AR; 氢氧化钠

NaOH , AR; 无水乙醇, AR; 蒸馏水; 自配预处理液; 铝粉粒度 250 ~ 300 目, 喷雾法制备。

1.3 实验步骤

(1) 定量称取络合剂和硫酸镍, 分别用一定量蒸馏水溶解, 需稍加热。然后将两者混合, 并加入一定体积的浓氨水。

(2) 一定量的联氨用蒸馏水稀释后, 缓慢加入到混合溶液中, 边加边搅拌。先酸度计测定 pH 值, 最后用 2.0 mol/L NaOH 溶液和蒸馏水调酸度至规定值, 并保证每次镀液体积为 200 mL。

(3) 将烧杯置于恒温水浴内预热, 把一定量经预处理液处理后的铝粉, 加入镀液中, 立即开始搅拌, 并开始计时。

(4) 镀覆过程定时定量补加氨水以及 2.0 mol/L NaOH 溶液, 并注意观察实验现象。40 min 后停止搅拌, 取出镀液过滤。

(5) 对过滤得到的粉末进行酸洗、水洗, 最后用无水乙醇清洗后置于烘干箱内烘干, 烘干温度为 60 ~ 80 °C。粉末烘干后称重。

(6) 测试。

2 实验结果及讨论

用环氧树脂及聚酰胺树脂将制得的粉末 80 °C 下固化, 并制样。在光学显微镜下观察粉

① 收稿日期: 1996-03-27; 修回日期: 1996-07-08 熊晓东, 男, 26 岁, 博士研究生

末的镀覆情况,金相照片如图1所示,可见镀镍层完整连续。在SEM505扫描电镜下观察颗粒形貌也表明,铝粉包覆完全,表面无空洞而且分散性良好。扫描电镜证实颗粒表面镍含量达99.9%以上。图2是典型粉末的XRD谱,图中显示粉末由Ni、Al组成,并且Ni呈结晶态结构。

评价镀覆质量即CQ值的大小是依据100倍光学显微镜视野里铝粉被完全包覆的颗粒数占颗粒总数的百分比确定的,百分比大于95%时CQ定为5。

2.1 镀覆质量与pH值和硫酸镍的关系

图3表示的是在温度一定、还原剂加入量一定时,不同pH值、不同硫酸镍加入量和镀覆质量的关系。

由图可见,pH值和硫酸镍加入量都对镀

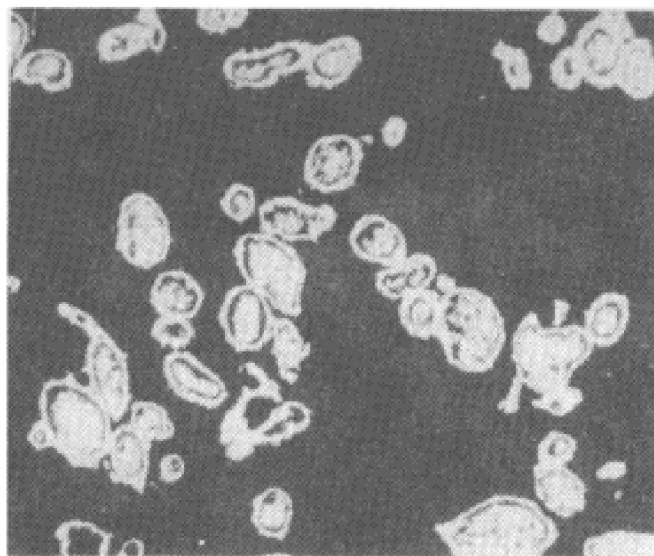


图1 包覆粉末光学显微截面照片($\times 100$)

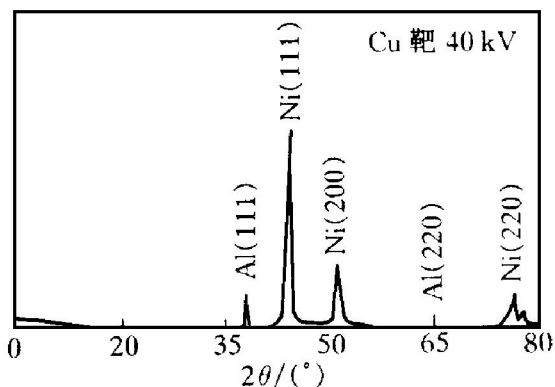


图2 典型的包覆粉XRD谱

覆质量有显著影响。当硫酸镍加入量一定时,pH值大,镀覆质量好;当pH值一定时,随着硫酸镍加入量增加镀覆质量曲线先是上升,达到最大值后开始下降。当pH值小时镀覆质量曲线上升平稳,达到极大值时需较小的硫酸镍加入量,然后下降明显;当pH值大时,镀覆质量曲线上升较陡,达到极大值时需较多的硫酸镍加入量,然后下降缓慢。这些现象的产生是由于在镀覆初期,铝粉和镀液发生的化学反应与还原剂和镀液发生的化学反应同时进行,而这些反应的速率都与镀液的pH值和Ni浓度有关。如果铝粉的反应速率太快,造成铝颗粒的不断消耗变小,还原生成的镍原子难以在铝颗粒表面沉积、长大、成层,即使增加Ni的浓度也不能显著提高还原剂的还原速度。较大的pH值,对铝的反应不利,相对延缓了铝的反应速率,增大了还原剂还原Ni的速度,使还原产生的镍原子可以很好地在铝颗粒表面沉积、长大、形成致密的镀层。

试验还表明,在pH值一定时, NiSO_4 加入量过大,易造成溶液不稳定,产生粉红色沉淀,这也影响了镀层的质量。经XRD谱(图4)证实粉红色沉淀为 $\text{NiSO}_4 \cdot 3\text{N}_2\text{H}_4$ 。

2.2 镀覆质量与温度的关系

图5表示,当 NiSO_4 加入量一定,且还原

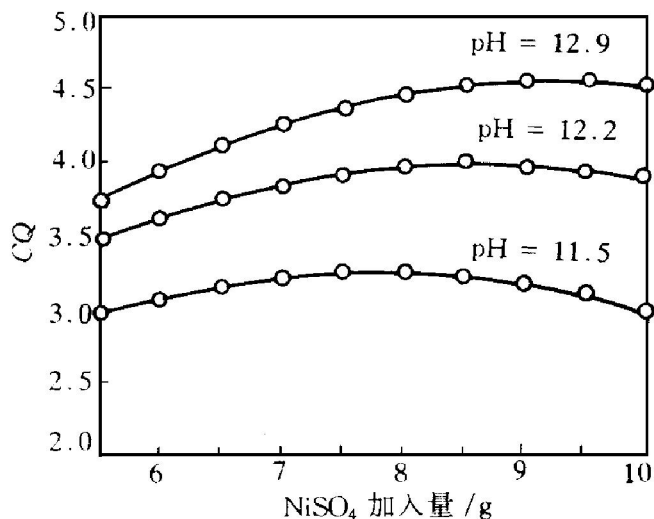
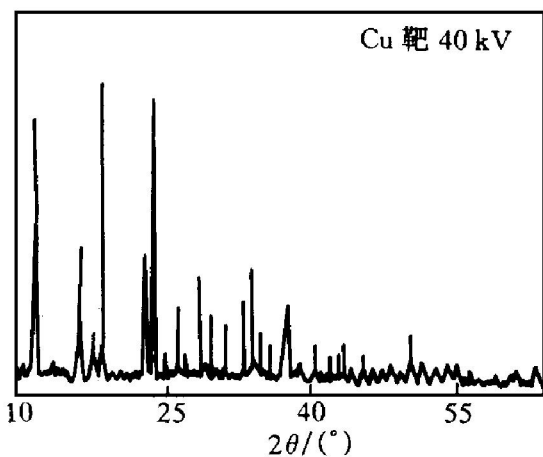
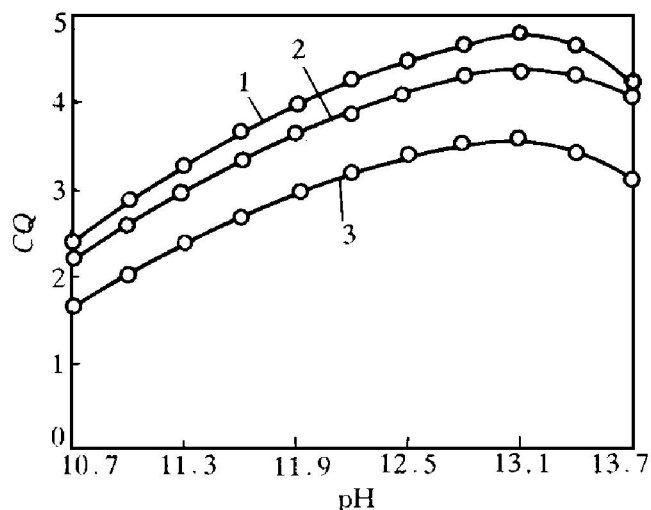


图3 镀覆质量在不同pH值条件下随硫酸镍加入量变化的曲线

(NiSO_4 7.0 g, 联氨 15 mL, 络合剂 8.0 g)

图4 $\text{NiSO}_4 \cdot 3\text{N}_2\text{H}_4$ 的 XRD 谱图5 镀覆质量在不同温度条件下
随 pH 值变化的曲线

(温度 86 °C, 联氨 15 mL, 络合剂 8.0 g)

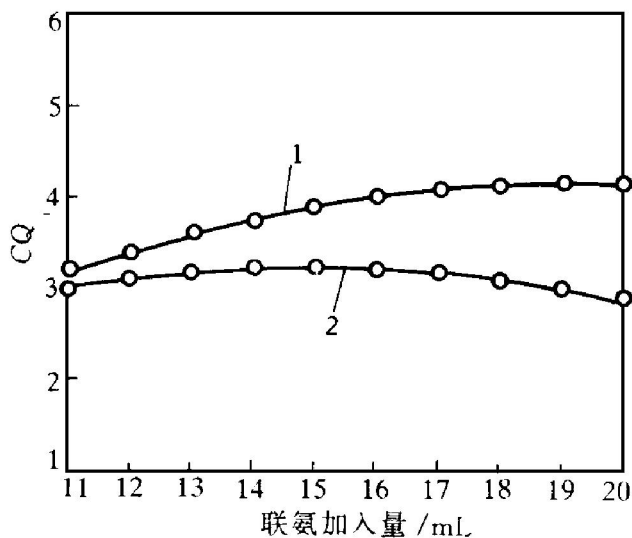
1— $t=89\text{ }^{\circ}\text{C}$; 2— $t=86\text{ }^{\circ}\text{C}$; 3— $t=83\text{ }^{\circ}\text{C}$

剂加入量一定时,在一定温度下镀覆质量随着 pH 值增大而变好,以 pH 值在 13.0 左右时最佳,当 pH 值再大时,镀覆质量就变差。在 pH 值一定时,温度高质量好。这是由于合适的 pH 值和较高的温度提高了还原剂与 Ni 的反应速率,超过了 Al 粉颗粒的消耗速度,从而形成完整致密的镀层。但 pH 不能太大,温度不能过高,否则铝颗粒反应速率会占优势,镀液也不稳定。

2.3 镀覆质量与还原剂加入量的关系

图 6 表示 NiSO_4 加入量一定、温度一定、pH 值不同的条件下,还原剂加入量与镀覆质量的关系。由图可见,在较低 pH 值条件下,还原剂加入量增加,镀覆质量曲线先是平缓而

后略有降低。在 pH 值较大时,镀覆质量随还原剂量的增大而变好,还原剂量的增加有利于镀覆。但还原剂量过大,也会造成镀液不稳定,产生 $\text{NiSO}_4 \cdot 3\text{N}_2\text{H}_4$ 沉淀。在 NiSO_4 的加入量为 7.0 g、温度 86 °C、pH 值 12.5 时,还原剂加入量不应超过 20 mL。

图6 镀覆质量在不同 pH 条件下
随还原剂加入量变化的曲线(NiSO_4 7.0 g, 络合剂 8.0 g)1— $t=86\text{ }^{\circ}\text{C}$, pH=12.2; 2— $t=86\text{ }^{\circ}\text{C}$, pH=11.5

3 结论

(1) 用化学镀法在活性铝粉上镀覆纯镍制备镍包覆铝粉,在合适工艺条件下可获得质量良好的复合粉末。

(2) 镀覆质量与镀液成分、pH 值、温度及还原剂加入量密切相关。控制温度为 86~89 °C、pH=12.5~13.2、硫酸镍加入量为 35.0~45.0 g/L、还原剂加入量为 75~95 mL/L 时镀覆质量优良。

(3) 包覆在铝粉表面的镍呈晶态。

参考文献

- 郭鹤酮, 张三元. 复合镀层. 天津: 天津大学出版社, 1991: 27~29.
- Sudarshan T S 著, 范玉殿等译. 表面改性技术. 北京: 清华大学出版社, 1992: 76.

3 汤浅荣二, 师冈利政. 铸物, 1980, 52(7): 394.

4 白晓军. 电镀与环保, 1993, 13(2): 8.

COATING PROCESS OF ALUMINIUM POWDERS BY ELECTROLESS NICKEL PLATING

Xiong Xiaodong, Tian Yanwen, Zhai Xiuqing, Zhai Yuchun

*Department of Nonferrous Metallurgy,
Northeastern University, Shenyang 110006*

ABSTRACT The composite powders were produced by electroless pure nickel plating on the surface of activated aluminium powders. The experimental results showed that the well-qualified composite powders can be made by controlling technological parameters and nickel appears in crystal state. The influence of the technological parameters on the coating quality was also given.

Key words electroless plating composite powders coating quality technological conditions

(编辑 何学锋)

(上接 12 页)

SUCCESSIVE MEDIUM RHEOLOGICAL THEORY AND ITS APPLICATION IN STRATUM SUBSIDENCE DYNAMIC COURSE

Ma Fenghai, Wang Yongjia, Fan Xueli*

Department of Mining Engineering, Northeastern University, Shenyang 110006

* *Fu Xin Mining Institute, Fuxin 123000*

ABSTRACT Combining successive medium mechanics with rheological mechanics, the stratum subsidence dynamic course was studied. A count model of rock layer state distribution has been established by using the engineering theory of sheet metal curving. Additionally, the dynamic change law of stratum subsidence caused by mining of horizontal coal layer was further discussed, considering the rheological properties of rock at the same time.

Key words viscoelasticity subsidence sheet metal curving

(编辑 何学锋)