



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103273061 A

(43) 申请公布日 2013.09.04

(21) 申请号 201310227716.0

(22) 申请日 2013.06.08

(71) 申请人 沈阳化工大学

地址 110142 辽宁省沈阳市经济技术开发区
11 号

(72) 发明人 陈尚东 赵进

(74) 专利代理机构 沈阳技联专利代理有限公司
21205

代理人 张志刚

(51) Int. Cl.

B22F 1/02 (2006.01)

C23C 18/36 (2006.01)

C23C 18/18 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法

(57) 摘要

一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法,涉及一种电镀分散剂的制备方法,本发明以硫酸镍作为主盐,次亚磷酸钠作为还原剂,柠檬酸钠作为络合剂,柠檬酸作为加速剂,硫脲作为稳定剂,以氨水调节 pH。采用化学镀法在硫酸镍体系里在粒径微米级铝粉表面镀镍,这样形成的镍包铝粉可以做下一步复合镀的分散剂。为了以后进行基件的复合镀镍打下基础。将会对耐高温涂层实验提供良好的实验环境,它不仅开拓了制备高温防护涂层新方法,并可进一步推广到采用复合电镀方法与热反应扩散技术制备其它覆盖型高温防护涂层,对降低生产的成本,提高经济效益,扩展新材料的应用具有重要意义。

1. 一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法,其特征在于,所述方法包括以下过程:
 - a. 铝粉在空气中暴露易氧化,表面生成氧化铝,在铝粉表面进行镍的镀覆前,要把铝粉颗粒的表面的氧化铝除去,使用氢氧化钠碱溶液处理铝粉颗粒,碱处理法;
 - b. 将用碱溶液处理过的微细铝粉,用蒸馏水将碱液稀释,然后倒掉除去废的碱液,为了防止铝粉在空气中再次氧化,留有少量蒸馏水在烧杯中;
 - c. 将预先配制好的镀镍溶液倒入装有铝粉的烧杯中,搅拌,水浴即可。
2. 根据权利要求1所述的一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法,其特征在于,所述微细铝粉粒径 $13 \pm 2\mu\text{m}$ 。
3. 根据权利要求1所述的一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法,其特征在于,所述镀液包含硫酸镍,次亚磷酸钠,柠檬酸钠,柠檬酸和硫脲;加入无先后顺序,加入的方式不限。
4. 根据权利要求1所述的一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法,其特征在于,所述镀液的pH值为11.0,镀液水浴温度为 88°C ,反应时间2-6小时。
5. 根据权利要求1所述的一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法,其特征在于,所述硫酸镍 250g/L,次亚磷酸钠 90g/L,柠檬酸钠 35g/L,柠檬酸 9g/L,硫脲 4g/L。

一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种电镀分散剂的制备方法,特别是涉及一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法。

背景技术

[0002] 普通碳钢(A3)是应用最为广泛的结构材料之一,但因为其耐蚀性尤其是高温耐蚀性差,所以在一些苛刻的环境中不能使用。如果使普通碳钢常温下提高了耐腐蚀性及高温氧化腐蚀,那就具有了重要的现实意义。当前广泛使用的一种高温防护涂层是氧化铝涂层,其具有优异的高温防腐性能,并且还具有很好的耐磨性和耐冲击性以及酸碱腐蚀性。

[0003] 为了最终在普通碳钢表面生成氧化铝涂层,钢表面需要预先镀铝,由于活泼性的差异较大,直接镀铝不能在水溶液体系中进行。因此我们创新性地设计了两步法的实验方案,首先利用化学镀法在微米级粒径铝粉表面镀镍,然后在水溶液体系中将钢表面电镀镍包铝粉。本实验所涉及的化学镀镍技术实际应用范围很广,它在装饰性能方面能赋予产品丰富的色彩,提高产品的外观质量;在防护性方面能提高耐蚀性和延长使用寿命;在功能性方面能提高产品的耐磨性、导电性、润滑性、耐旱性等特殊功能。在经济蓬勃发展的东亚和东南亚地区,包括中国在内,镀镍的应用正处于上升阶段,预计仍将保持高速度的发展。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法。本发明采用化学镀法在硫酸镍体系里在粒径微米级铝粉表面镀镍,这样形成的镍包铝粉可以做下一步复合镀的分散剂,镀得的镍包铝粉外观规则,镀层均匀致密,厚薄适中,镍铝比例符合下阶段脉冲复合镀要求。

[0005] 本发明的目的是通过以下技术方案实现的:

一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法,所述方法包括以下过程:

- a. 铝粉在空气中暴露易氧化,表面生成氧化铝,在铝粉表面进行镍的镀覆前,要把铝粉颗粒的表面的氧化铝除去,使用氢氧化钠碱溶液处理铝粉颗粒,碱处理法;
- b. 将用碱溶液处理过的微细铝粉,用蒸馏水将碱液稀释,然后倒掉除去废的碱液,为了防止铝粉在空气中再次氧化,留有少量蒸馏水在烧杯中;
- c. 将预先配制好的镀镍溶液倒入装有铝粉的烧杯中,搅拌,水浴即可。

[0006] 所述的一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法,所述微细铝粉粒径 $13 \pm 2\mu\text{m}$ 。

[0007] 所述的一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法,所述镀液包含硫酸镍,次亚磷酸钠,柠檬酸钠,柠檬酸和硫脲;加入无先后顺序,加入的方式不限。

[0008] 所述的一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法,所述镀液的 pH 值为 11.0,镀液水浴温度为 88°C ,反应时间 2-6 小时。

[0009] 所述的一种电镀分散剂镍包铝粉的制备方法,所述硫酸镍 250g/L,次亚磷酸钠 90g/L,柠檬酸钠 35g/L,柠檬酸 9g/L,硫脲 4g/L。

[0010] 本发明的优点与效果是：

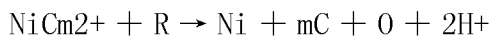
本发明微细铝粉化学镀镍,是为了以后进行基件的复合镀镍打下基础。将会对耐高温涂层提供良好的实验环境,它不仅开拓了制备高温防护涂层新方法,并可进一步推广到采用复合电镀方法与热反应扩散技术制备其它覆盖型高温防护涂层,对降低生产的成本,提高经济效益,扩展新材料的应用具有意义。

具体实施方式

[0011] 下面结合实施例对本发明进行详细说明。

[0012] 本发明采用化学镀法在硫酸镍体系里在粒径微米级铝粉表面镀镍,这样形成的镍包铝粉可以做下一步复合镀的分散剂。化学镀结果表明:在硫酸镍体系里,镀液的 pH 值为 11.0;镀液水浴温度为 88℃时,镀得的镍包铝粉镍含量大约 55% 质量分数,磷含量几乎为零,化学镀镍可以通过控制镀液酸度来控制镀层中杂质磷含量,碱性越高,磷含量越低,当镀液 pH 值大于 11 时,镀层中磷含量几乎为零;通过扫描电镜、X-射线衍射、光学显微镜分析观察,镀得的镍包铝粉外观规则,镀层均匀致密,厚薄适中,镍铝比例符合下阶段脉冲复合镀要求。

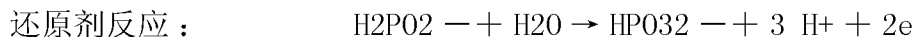
[0013] 化学镀镍是用还原剂把溶液中的镍离子还原沉积在具有催化活性的表面上。其反应式为：



其中 C 为络合物、m 为络合剂的配位体数目, R、O 分别为还原剂的还原态和氧化态。上式分解为：



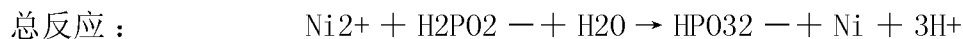
该氧化还原反应能否自发进行的热力学判据是反应自由能的变化 ΔG_{298} 。以次亚磷酸钠为例计算如下：



$$\Delta G_{298} = -23070\text{J/mol}$$

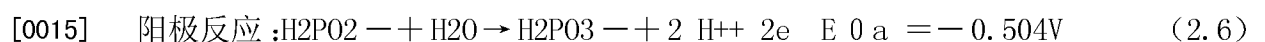


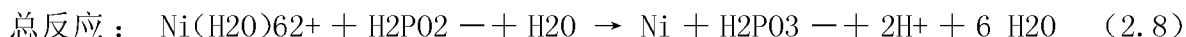
$$\Delta G_{298} = 10612\text{J/mol}$$



该反应自由能的变化 $\Delta G_{298} = [10612 + (-23070)] = -12458\text{J/mol}$, 反应自由能变化 ΔG_{298} 为负值,且比零小的多,所以从热力学判断得出结论表明用次亚磷酸钠做还原剂还原 Ni^{2+} 是完全可行的。体系的反应自由能变化 ΔG 是状态函数,凡是影响体系状态的各个因素都会影响反应过程的 ΔG 值。

[0014] 众所周知,对于电化学反应 $\Delta G = -nFE$ (n 是反应中电子转移数目, F 是法拉第常数, E 是电池电动势)。因此,可逆电池电动势 E 也可以直接用来做为该化学反应能否自发进行的判据。





该电池反应电势 $E^0 = -0.25 - (-0.50) = +0.25\text{V}$, E^0 为正值, 表示自由能变化 ΔG 是负值, 即反应能自发进行。从标准电极电位 E^0 值即可看出: 只要还原剂电位比 Ni^{2+} 还原的电位负, 该反应即可自发进行。直接用电池电势 E 做反应能否自发进行的判据更简单。还原剂氧化的电位与 Ni^{2+} 还原电位的差值愈大, 镍沉积的可能性愈大, 且沉积速度也越快。

[0016] 由于铝粉高活性, 导致其在水基体系中极易氧化、腐蚀, 因此, 将铝粉直接应用复合电镀工艺是不现实的; 而镍粉在复合电镀工艺中已广泛使用。因此, 制备、引入镍包铝粉后, 便可采用成熟的 Ni^{2+} 离子与镍粉的复合电镀工艺制备镍铝镀层。微细铝粉粒径 $13 \pm 2\mu\text{m}$; 硫酸镍 250g/L , 次亚磷酸钠 90g/L , 柠檬酸钠 35g/L , 柠檬酸 9g/L , 硫脲 4g/L ; 镀液的 pH 值为 11.0 ; 镀液水浴温度为 88°C 。在此条件下可获得质量良好的复合粉末。

[0017] 本发明是在微细铝粉的表面进行化学镀镍。所用的微粒主要是粒径 $13 \pm 2\mu\text{m}$ 的铝粉颗粒, 粒径越小对下步脉冲复合镀越有利。此化学镀过程在超级恒温水浴内进行, 控温精度为 $\pm 0.1^\circ\text{C}$; 酸度计为 PHS-10B 型; 使用立式搅拌器。步骤如下:

(1) 首先除去微细铝粉颗粒表面的氧化膜。

[0018] 铝粉在空气中暴露易氧化, 表面生成氧化铝, 在铝粉表面进行镍的镀覆前, 要把铝粉颗粒的表面的氧化铝除去。使用碱液除去氧化膜, 化学反应为:



反应是使用氢氧化钠碱溶液处理铝粉颗粒, 称为碱处理法, 不使用酸溶液(稀盐酸)处理的方法。

[0019] (2) 将用碱溶液处理过的微细铝粉, 用蒸馏水将碱液稀释, 然后倒掉除去废的碱液。为了防止铝粉在空气中再次氧化, 留有少量蒸馏水在烧杯中。

[0020] (3) 进行化学镀镍, 将预先配制好的一定量镀镍溶液倒入装有铝粉的烧杯中, 搅拌, 在一定的温度条件下水浴一段时间。称量的铝粉一般为 10g , 用 20mL 的 1mol/L 的氢氧化钠处理。恒温搅拌 6h , 水浴 18h , 并且及时补充镀液, 及时控制调节溶液的 pH 值。