

镍-金刚石复合电镀的研究^{*}

王森林 曹学功

(华侨大学应用化学系, 泉州 362011)

摘要 研究耐磨性镍-金刚石复合镀层的共沉积过程, 讨论镀液中金刚石微粒的悬浮量、镀液温度和阴极电流密度对复合镀层中金刚石共沉积量的影响。结果表明: 选择适当的共沉积参数, 可制备出金刚石微粒弥散较均匀的耐磨复合镀层, 镍-金刚石共沉积机理符合 Guglielmi 的两步吸附模型, 其速度控制步骤为强吸附步骤。

关键词 复合镀, 耐磨性, 电沉积, 机理

分类号

复合电镀金刚石制工磨具是近来提出的一种新方法, 其优点是制造工艺在低温进行, 使金刚石没有受到热损伤, 同时金刚石粘结牢固, 所需设备简单^[1,2]。本文对镍-金刚石复合电镀的共沉积进行了研究, 讨论了影响复合镀层中金刚石共沉积量的因素及复合共沉积机理, 并观察复合镀层的表面形貌。

1 实验方法

1.1 电镀条件及工艺

电镀在电热恒温水槽中进行, 镀槽为 1 000 mL 烧杯, 用磁力搅拌器控温搅拌。采用镀镍基础液 (pH = 4~5): $1.02 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $0.25 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $0.56 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_3\text{BO}_3$, $1.70 \times 10^{-4} \sim 3.40 \times 10^{-4} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 十二烷基硫酸钠。电镀时, 在基础液中加入一定量 400 目的人造金刚石, 以一定速度搅拌使金刚石微粒均匀地悬浮于镀液中。电镀用直流稳压电源, 阳极为可溶性镍阳极, 阴极为低碳钢片 (棒), 阳阴极表面积比为 2:1。

1.2 复合电镀工艺流程

将阴极低碳钢片 (棒) 磨光、碱性除油, 水洗后进行强浸蚀、弱浸蚀及预镀镍, 最后进行复合电镀和烘干^[3]。

1.3 复合镀层中金刚石微粒共沉积量分析

基体预镀镍烘干后的质量为 m_1 , 复合电镀烘干后的质量为 m_2 , 则复合镀层的质量 $m_3 = m_2 - m_1$ 。将该基体用 HNO_3 溶解退镀, 过滤得金刚石, 烘干后金刚石的质量为 m_4 , 所以金刚石共沉积量 (α) 为

$$\alpha(\%) = (m_4/m_3) \times 100\%.$$

^{*} 本文 1998-04-02 收到

1.4 复合镀层状况的测试

利用扫描电镜(SEM)观察镍-金刚石复合镀层的表面形貌情况

2 实验结果与讨论

2.1 金刚石悬浮量的影响

控制镀液温度(θ)为 50 , 阴极电流密度(D_k)为 $2.5 \text{ A} \cdot \text{dm}^{-2}$, 改变镀液中金刚石微粒的悬浮量(w), 复合镀层中金刚石共沉积量(α)变化如图 1 所示。实验结果表明, 金刚石的共沉积量随镀液中金刚石微粒的悬浮量增加而增加。这是因为镀液中金刚石微粒的悬浮量越大, 则单位时间内通过搅拌等作用被输送到阴极表面的微粒数量也越多, 微粒进入镀层的几率也越大, 即镀层中金刚石微粒越多。但微粒悬浮越大, 共沉积量增加趋缓, 直到不再增加。

2.2 阴极电流密度的影响

在金刚石悬浮量为 $30 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, 镀液温度为 50 的条件下, 阴极电流密度与金刚石共沉积量的关系如图 2 所示。从图中可知, 随着阴极电流密度增加, 微粒沉积量增加, 阴极电流密度

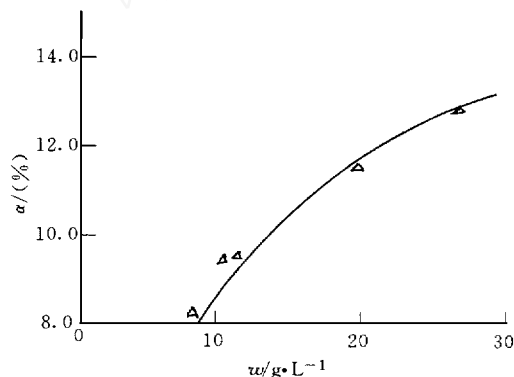


图1 镀层的金刚石共沉积量与
金刚石悬浮量的关系

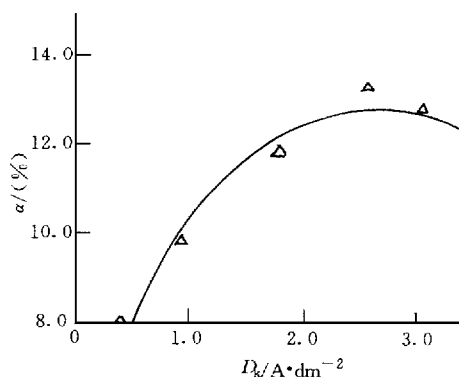


图2 镀层的金刚石共沉积量与
阴极电流密度的关系

为最大值, 沉积量最大, 如再增加阴极电流密度, 沉积量反而下降。这是因为开始时, 阴极电流密度太小, 镍沉积少, 沉积的金刚石也少; 随着阴极电流密度增加, 镍沉积速度增加, 从而增加了复合镀层中金刚石沉积量。当阴极电流密度太大, 金刚石沉积量反而减小, 这说明金刚石微粒达阴极表面并不是靠电场力作用。

2.3 镀液温度的影响

在金刚石悬浮量为 $30 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, 阴极电流密度为 $2.5 \text{ A} \cdot \text{dm}^{-2}$ 时, 镀液温度与金刚石共沉积量的关系如图 3 所示。实验表明, 随着镀液温度升高, 金刚石共沉积量有所增加; 但到一定温度后, 共沉积量下降。这是因为到一定

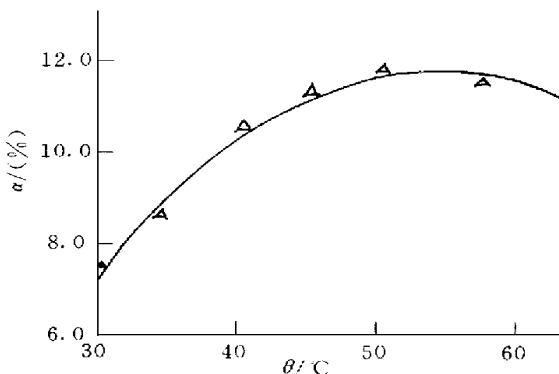


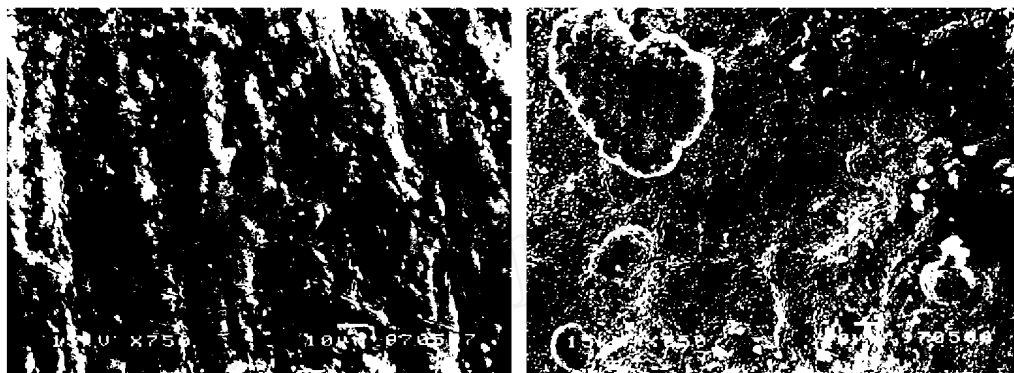
图3 镀层金刚石共沉积量与镀液温度关系

温度后, 镀液内离子热运动加强, 会导致镀液粘度下降, 即微粒对阴极表面粘附加下降, 造成微

粒沉积量下降

2.4 复合镀层的表面形貌

图 4(a), (b) 为纯镍镀层和复合镀层的表面形貌照片, 可以看到复合镀层表面金刚石微粒嵌入镍镀层中



(a) 纯镍镀层

(b) 镍-金刚石复合镀层

图 4 镀层的表面形貌扫描电镜图

2.5 镍-金刚石共沉积机理

1972 年, Guglielmi 提出了复合共沉积的两步吸附模型, 认为悬浮于液相的固体微粒的复合电沉积包含着弱吸附和强吸附两个连续进行的吸附步骤. 通过 Ni-TiO_2 及 Ni-SiC 的实验结果, 成功地导出了当强吸附为速度控制步骤时, 微粒在镀层中的沉积量 (α) 与悬浮于镀液中的微粒浓度及过程电位 (η) 之间的关系为

$$\frac{w(1-\alpha)}{\alpha} = \frac{W i_0}{n F d V_0} e^{(A-B)\eta} (1/K + w),$$

式中 W 为金属的原子量; d 为被沉积金属的密度; i_0 为金属电沉积的交换电流密度; n 为参加反应的电子数; F 为法拉第常数; V_0 , B 为与微粒沉积有关的常数; A, K 为与金属沉积有关的常数; η 为过电位.

由于稳态下, 电流密度与过电位之间总存在着一定的对应关系, 因此在电沉积的其它条件不变时, 采用恒定的电流密度, 则过电位也保持恒定. 在恒定电流密度下, 根据图 1 所得实验结果以 $w(1-\alpha)/\alpha$ 对 w 作图可得一直线(图 5). 这说明, 镍-金刚石复合共沉积过程符合 Guglielmi 两步吸附理论, 其强吸附步骤为速度控制步骤

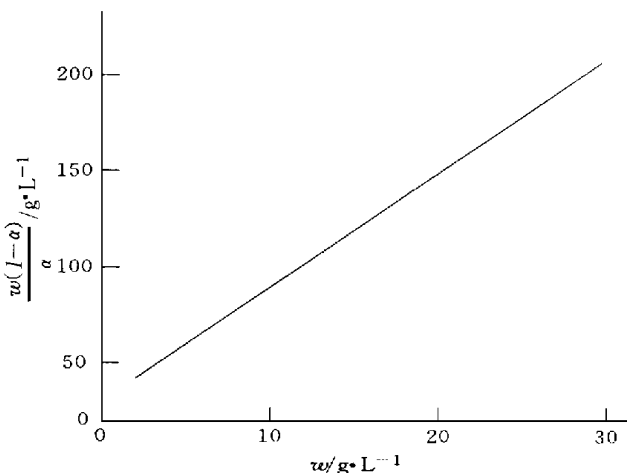


图 5 镍-金刚石体系的 $\frac{w(1-\alpha)}{\alpha}$ 与 w 的关系

3 结论

在普遍镀镍液中加入 400 目的金刚石微粒, 采用复合电镀技术可制备出镍-金刚石复合镀层。镀液中金刚石悬浮量、阴极电流密度和镀液温度都对金刚石微粒的共沉积量有影响。实验结果表明, 在金刚石悬浮量为 $20 \sim 30 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, 阴极电流密度为 $2.0 \sim 3.0 \text{ A} \cdot \text{dm}^{-2}$, 镀液温度为 $45 \sim 55$ 的共沉积条件下, 基体金属和镀层结合良好, 金刚石微粒能较均匀地嵌入镍镀层。镍-金刚石复合共沉积过程符合 Guglielmi 两步吸附机理, 其速度控制步骤为强吸附步骤。

校科研基金资助项目

参 考 文 献

- 1 黄 辉, 林志成, 阳范文. 镍-碳化硅复合电镀的研究. 湖南大学学报(自然科学版), 1996, 23(4): 56~ 61
- 2 覃奇贤, 郭鹤桐, 朱尤章. 镍-碳化硅复合电沉积过程的研究. 材料保护, 1993, 26(7): 4~ 7
- 3 黄闻天. 装饰性无青仿金液的研究. 华侨大学学报(自然科学版), 1999, 9(2): 171~ 176

Composite Nickel-Diamond Electroplating

Wang Senlin Cao Xuegong

(Dept. of Appl. Chem., Huaqiao Univ., 362011, Quanzhou)

Abstract Beginning with the codeposition of the abrasive resistant nickel-diamond composite coating, the authors discuss the amount of diamond particles suspending in electroplating bath; the effects of temperature during electroplating and cathodic current density on the amount of diamond codepositing in the composite coating. As shown by the results, In case the codeposition parameters are propely chosen, the abrasice resistant composite coating with diamond particles evenly diffused can be prepared; the mechanism of nickel-diamond codeposition conforms to Guglielmi two-step adsorption model; and its velocity control step is a strong adsorption step.

Keywords composite electroplating, abrasive resistance, electrodeposition, mechanism