

文章编号: 1001-3849(2005)03-0051-02

镀(涂)层的后处理工艺 (III)

郑瑞庭

(公安部第一研究所, 北京 100044)

Post-treatment Technology of Coatings (III)

ZHENG Rui-ting

7 仿金镀层的镀后处理

仿金镀层由铜-锌-锡三元或铜-锌二元合金组成,这种合金较活泼,在大气中不太稳定,极易氧化变色,失去美丽的金黄色,故仿金镀层需防变色处理。

钝化是仿金镀件喷(涂)防护漆(胶)之前重要的预处理工序,仿金镀层抗氧化能力差、防护漆(胶)又有孔隙,在湿热的环境中易引起氧化、泛黑,此外钝化还可中和镀件表面滞留的碱性物质,故喷(涂)防护漆(胶)之前先经钝化即可达到双重防护的目的。

钝化溶液配方及工艺条件

重铬酸钾	45~ 50 g/L
pH	3~ 4
θ	55~ 65°C
t	10~ 16 min

钝化时间与溶液浓度有关,浓度高时钝化时间短,浓度低时钝化时间长

钝化溶液的 pH和钝化膜的关系是: pH高局部会出现彩膜, pH低色泽显红

钝化后的清洗要求同镀后清洗,清洗彻底可避免出现“酱油”痕迹。

干燥宜用热风吹,可以避免喷(涂)防护漆(胶)时出现雾状的弊端。

涂料黏度应适当,防止出现皱纹和“泪痕”。

常用涂料有: 丙烯酸清漆、硝基清漆、聚氨酯及

有机硅树脂等

为防止喷(涂)件表面沾上灰尘,稍晾后即应入烘箱烘烤,烘烤的温度、时间都需遵照说明书要求进行,烘烤温度以逐渐提升为妥,烘箱开启前需先打开排气孔,防止发生爆炸等事故。

8 铝及铝合金件阳极化后的着色与封闭

8.1 铝及铝合金件阳极化后的着色

铝及铝合金经硫酸阳极化后,其表面形成一层微孔性的氧化膜。此膜具有吸附颜色的能力,经过着色处理之后具有良好的装饰效果。

铝氧化膜的着色工艺主要有着金黄色和着黑色

1) 着金黄色

茜素红 S	0.01 g/L
茜素黄 GG	0.025 g/L
θ	60~ 80°C
t	0.5~ 1 min

该工艺配方能获得标准的 24 K 金色,由于配方浓度低,上色缓慢,操作上易掌握,前、后着色件的色差较易保持一致,但该工艺的缺点是耐晒性稍差

2) 着黑色^[3]

ATT酸性元青	50~ 70 g/L
pH	3~ 3.5或 5~ 6
θ	室温
t	15~ 20 min

着色的质量关键是要控制着色溶液的 pH,常见

收稿日期: 2003-04-11

作者简介: 郑瑞庭(1930-),男,浙江宁波人,公安部第一研究所工程师。

着色故障如下:

a. 颜色黑中显青 这一现象主要由阳极化溶液温度过低;阳极氧化时间过短;电压过低等原因所致。

b. 表面发花 表面发花通常与碱洗不彻底有关,铝层表面自然形成的氧化膜未能彻底洗净,未能获得人工阳极化膜,或是染色溶液被油污污染,阳极化件沾上油污后该处就难以着上颜色。

c. 局部着不上色 这一现象可能是碱洗时局部有黄油未洗脱,也有可能是阳极化膜着色前遇到过碱性物质,阳极化膜遭到破坏,或是阳极化时窝气,该处未能生成氧化膜,或是着色时互相贴合而影响着色溶液与其表面的正常接触。

d. 着色后表面有浮灰 出现浮灰有两种可能,首先是着色溶液温度过高,浓度过大,其次是阳极化溶液温度过高。

8.2 铝及铝合金阳极化后的封闭

铝及铝合金件经阳极氧化之后,会形成一层氧化膜,此膜虽有较好的防护性能,但孔隙率高,极易吸附污物而遭到污染

封闭处理具有提高抗蚀性能和抗吸附能力。处理方法目前以采用市售的 Ni-F 系列常温封闭剂居多,该工艺能耗低,设备简单,但工艺要求严格,任何一个参数发生偏差都会影响到封闭质量,其中尤以以下几点更需予以注意:

1) 掌握好封闭溶液的 pH

pH 宜控制在 5.5~6.5 之间(最好在 5.8~6.2 之间),当 pH 超过 6.5 时,溶液中 Ni^{2+} 会生成氢氧化镍沉淀。溶液中有效成分受到损失,而当 pH 低于 5.5 时,封闭溶液呈弱酸性,金属盐的水解受到抑制,封闭速度下降,若此时用氨水调,溶液中 NH_4^+ 的浓度会因此而积累(NH_4^+ 对溶液有害),故要加强封闭前的清洗,以防阳极化溶液带进封闭槽,改变溶液的 pH

2) 控制封闭溶液的温度

溶液温度最好控制在 25~35℃ 之间,高于 35℃ 时阳极化件表面会出现“粉霜”,低于 25℃ 封闭速度减缓

3) 控制封闭处理时间

在正常工艺条件下,封闭溶液向氧化膜孔隙中的扩散速度约 $4\mu\text{m}/\text{min}$ 氧化膜的厚度通常在 10

~ $15\mu\text{m}$,故封闭时间有 15 min 就可满足要求,封闭时间太长容易出现“粉霜”,时间太短达不到封闭处理的目的。

4) 掌握好封闭溶液中有关成分的比例

封闭溶液中 F 的消耗速度比 Ni^{2+} 消耗快,通常快 20% 左右,当溶液使用一定时间之后,由于溶液中 Al^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的积累,此时也会消耗部分 F, F 浓度过低时对封闭质量有明显的影响,需要经常化验分析。

5) 掌握正确的操作方法

操作方法不当会严重影响封闭质量,如阳极化件进入封闭液后应摇摆、晃动,以便使原先被水膜包住的表面能很快被封闭溶液置换

6) 要掌握好工艺管理上的重要环节

a. 不能用自来水配制(补充)溶液 自来水中含有过高的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和 Cl^- ,这些离子的存在既会损伤膜层质量,也会使溶液中 F 的消耗加快。

b. 封闭处理后需要热水洗烫 热水洗烫可以净化表面,避免出现雾状,提高膜层防护性能。

c. 封闭溶液要定期化验分析 平时尚需进行失效试验,当发现封闭处理后仍能染上色的要更换新液。

除上述封闭处理工艺方法之外,也可用蒸汽、沸水封闭,或采用下列工艺^[4]。

醋酸镍	5~ 5.8 g/L
醋酸钴	1 g/L
硼酸	8 g/L
pH	5~ 6
θ	70~ 90℃
t	10~ 12 min

9 钢铁件氧化(发蓝)的后处理

钢铁件氧化之后,工件表面吸附的碱性物质不易清洗干净,尤其是盲孔、狭缝等处容易留下溶液,事后会引起碱蚀,严重影响膜层质量,为此除加强清洗之外,还需在 50 g/L 的铬酸溶液中进行中和处理。清洗后用 1% 酒精溶液的酚酞指示剂检查,至不再出现粉红色为止。

9.1 钝化

钢铁氧化膜的钝化多采用肥皂水浸渍法。

(下转第 54 页)

非导体材料电镀两则

2005307 在非导体表面直接电镀的方法

本发明的目的在于提供一种可靠性高、成本低,在印刷线路基板等非导体表面直接电镀导电性金属层的方法。发明的主要内容为:将含有平均粒径 $2\mu\text{m}$ 以下的石墨粒子及平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下的碳黑粒子中至少一种的水分散液,与欲镀的非导体表面接触,然后将该非导体浸渍于 pH 小于 3 的强酸性溶液中,在其表面便形成了导电层,即可以其作底层进行电镀。

(中国专利) CN 95100787 (1995-02-22)

2005308 非导体上直接电镀用的金属硫化物悬浮液

所发明的非导体上直接电镀用的金属硫化物悬浮液,可用于印制电路板制造中非导体基板通孔的金属化电镀铜。基板通孔内壁吸附一层该金属硫化物微粒后,便可直接电镀铜。该金属硫化物颗粒为圆球形,平均直径为 100nm ,而且悬浮液中粒径为平均粒径 2 倍的微粒数在微粒总数中的比例应小于 10%。该悬浮液中的金属硫化物为硫化钡。形成该硫化钡悬浮液的方法为:分别向反应器中注入化学计量的钡离子溶液和含硫化物的溶液,反应器中有分散剂和稳定剂,作为稳定剂必须在一个键上至少

有三个氧化烯基团,其亲水与亲油的比例应超过 12,控制反应剂注入反应器的流速,以便形成球形微粒的悬浮液。

(美国专利) US 6017967 (2000-01-25)

一种特殊的镀铜电解液

2005309 可填充亚微米孔隙的电镀铜溶液

发明了一种可填充阴极表面亚微米孔隙的电镀铜溶液。该液为酸性硫酸铜溶液,含有一种添加剂起整平作用。该添加剂应选用其分子尺寸与该电镀过程中填充的孔隙尺寸相当最好稍大些。分子尺寸相对较大的这些添加剂分子具有阻碍其大量进入孔隙中的倾向,而优先地大量地吸附在阴极表面,这样一来,铜沉积于孔隙内的速度比沉积于表面的速度快,使孔隙内被金属铜填满,而且所有表面也能获得均匀的镀层。常规的添加剂是不能填满孔隙的。

下面介绍一个可填充亚微米孔隙的电镀铜工艺:铜离子 18g/L ;硫酸 170g/L ;氯离子(以盐酸形式加入) 0.03g/L ;聚苯乙烯-4磺酸钠(相对分子质量为 $120\,000\sim 1\,000\,000$) 0.015g/L ;温度为 22°C ,阴极电流密度为 16A/dm^2 ;镀液需搅拌和连续过滤。

(美国专利) US 6284121 (2001-09-04)

覃奇贤 编译

(上接第 52 页)

肥皂	30~ 50 g/L
θ	90~ 95 $^\circ\text{C}$
t	2~ 3 min

配制肥皂水的水需经软化处理,以免出现棉絮状的悬浮物。

经肥皂水浸渍处理之后,膜层表面即会形成一层皂化铁膜,此膜具有提高氧化膜防护性能的独特功能。

9.2 干燥

油封前的干燥一定要认真,若氧化件的隐蔽部位仍留有吸附水,油封时会被包在薄膜之下,该处即有可能出现锈蚀,干燥后还须及时进行油封,以防氧化膜表面再度吸附水分。

9.3 油封

润滑油、变压器或锭子油

θ	105~ 110 $^\circ\text{C}$
t	2~ 3 min

油温要控制适当,温度过低流动性差,不易被氧化膜的孔隙所吸附,起不到油封目的。当氧化件表面有吸附水被封闭在油膜下时,还会加速基体腐蚀。油温过高会引起烟雾弥漫,不利清洁生产,有火警危险。

9.4 包装

油封后的氧化件要用多层纸包装,以免运输过程中相互擦毛或污染其它镀件。

参考文献

- [3] 郑瑞庭. 铝阳极化染黑色工艺中的故障处理 [J]. 电镀与涂饰, 2000, 19(3): 54.
- [4] 张允诚,胡如南,向荣. 电镀手册 [M]. 第 2 版. 北京: 国防工业出版社, 1997. 933.

(续完)