

doi: 10.3969/j.issn.1001-3849.2013.11.008

磷化温度对铝合金磷化膜性能的影响

王 昕, 王 颖

(沈阳理工大学 环境与化学工程学院 辽宁 沈阳 110159)

摘要: 采用锌系磷化液对 LY12 硬铝合金进行磷化处理。通过测量膜质量、硫酸铜点滴试验、极化曲线测试等考查了磷化温度对磷化膜性能的影响,利用 SEM、EDS 等分析手段,对磷化膜的表面形貌、化学成分进行分析。结果表明,当磷化 θ 为 50℃ 时,磷化膜外观颜色呈浅灰色,均匀光亮,膜面质量达 5.18 g/m^2 ,硫酸铜试验耐蚀 t 为 57 s,铝合金磷化膜的腐蚀电位最大,腐蚀电流最小,线性极化电阻最大,耐蚀性最好。

关键词: 铝合金; 锌系磷化; 磷化温度

中图分类号: TG174.45

文献标识码: A

Effect of Phosphating Temperature on the Performance of Phosphating Film on Aluminium Alloy

WANG Xin, WANG Ying

(School of Environmental and Chemical Engineering, Shenyang Ligong University, Shenyang 110159, China)

Abstract: Phosphating was applied to LY12 duralumin alloy with zinc phosphating solution. The influence of phosphating temperature on the performance of phosphating film was investigated by using coating weight, CuSO_4 solution dropping and electrochemical tests. The surface morphology, chemical composition of films were observed and determined by SEM and EDX techniques. The results showed that the phosphating film prepared under 50℃ phosphating temperature was light grey, bright and uniform with coating weight of 5.18 g/m^2 , corrosion time of 57 s in the CuSO_4 solution dropping test. Meanwhile, this phosphating film had a higher corrosion potential and linear polarization resistance, a lower corrosion current density and a better corrosion resistance.

Keywords: aluminium alloy; zinc phosphating; phosphating temperature

引 言

铝及其合金由于密度小,加工性能好,导电、导热性能优良及价格便宜等优点在轻工、建材、航天及电子等领域得到广泛的应用。但铝合金的化学性质活泼,在使用过程中易发生腐蚀。为提高其耐蚀性,常采用电化学和化学方法对其进行表面处

理。相对于电化学处理来说,化学处理具有生产工艺简单,操作简便,成本低,效率高等优点,近年被广泛应用^[1-2]。化学处理方法又可分为含铬化学处理法和无铬化学处理法两类。含铬化学处理法由于六价铬的毒性已限制,故应研究开发无铬转化膜,其中,锌系磷化处理是目前铝合金表面化学处理的主要研究方向^[3-4]。磷化工艺条件对磷化膜性

收稿日期: 2012-12-11

修回日期: 2013-02-16

能有直接影响。本文采用锌系磷化液对 LY12 硬铝合金进行磷化处理。通过测量膜质量、硫酸铜点滴试验、极化曲线测试等考查了磷化温度对磷化膜性能的影响。

1 实验部分

1.1 实验材料与仪器

实验采用 LY12 硬铝合金试片,规格 50 mm × 20 mm × 2 mm; 烧杯,水浴锅,秒表,电子天平,干燥箱,PARSTAT2273 型电化学工作站等。

1.2 工艺流程

铝合金磷化工艺流程为:试片→水洗→脱脂→水洗→碱蚀→水洗→光亮酸蚀→水洗→表面调整→水洗→磷化处理→水洗→老化处理。

1.3 磷化液配方

实验选用磷化溶液配方为:9 ~ 12 g/L 磷酸二氢锌,32 ~ 35 g/L 硝酸锌,1 ~ 2 g/L 氯酸钠,1.5 ~ 2.5 g/L 氟化钠。

1.4 磷化膜性能检测

采用称量法测定磷化膜面质量。测定方法:将干燥后的磷化试样,用分析天平称量,然后将试样浸入退膜剂中(退膜剂为 65% ~ 70% 的硝酸),在室温下保持 15 min,取出试样,用蒸馏水冲洗后干燥,再称量。将试样退膜前后质量差除以试样覆膜表面积,得到磷化膜面质量(g/m^2)。

采用硫酸铜点滴试验法进行磷化膜耐蚀性检测,方法参见文献[3]。实验使用 PARSTAT2273 型电化学工作站,采用三电极体系对铝合金磷化膜进行极化曲线测试。参比电极为 232 型饱和甘汞电极,辅助电极为 213 型铂电极,铝合金磷化膜为工作电极。测试溶液为 3.5% NaCl 溶液。试样 A 为 1 cm^2 ,扫描速率 5 mV/s。

采用 101 型扫描电子显微镜(日本日立公司),观察铝合金磷化膜的表面形貌,通过随机配置的能量散射谱仪对磷化膜的化学成分进行分析。

2 结果与讨论

2.1 磷化温度对磷化膜质量的影响

采用 1.3 磷化液配方对铝合金试样进行磷化处理,磷化 t 为 20 min,磷化 θ 分别取 40、45、50 和 55 $^{\circ}\text{C}$,考察磷化温度对磷化膜面质量的影响,其结果如图 1 所示。

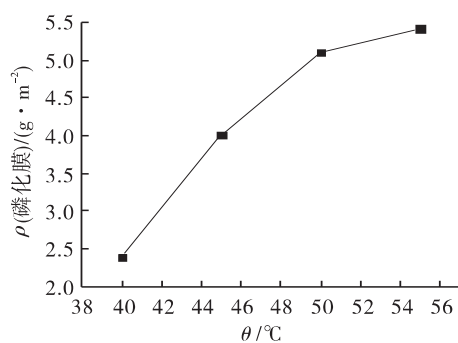


图 1 磷化温度对磷化膜质量的影响

由图 1 可知,磷化温度对磷化膜面质量有较大的影响,随着磷化温度的升高,磷化膜面质量增加,这主要是因为磷化温度升高,使磷化液酸度升高,从而使磷化反应速度加快,因此磷化膜面质量增加。当磷化 θ 为 50 $^{\circ}\text{C}$ 时,磷化膜面质量达到 $5.18\text{ g}/\text{m}^2$,温度再升高,磷化膜质量增加缓慢,考虑到节约能源,磷化 θ 选用 50 $^{\circ}\text{C}$ 为宜。

2.2 磷化温度对磷化膜耐蚀性的影响

采用 1.3 磷化液配方对铝合金试样进行磷化处理,磷化 t 为 20 min,磷化 θ 分别取 40、45、50 和 55 $^{\circ}\text{C}$,考察磷化温度对磷化膜耐蚀性的影响,其结果如图 2 所示。

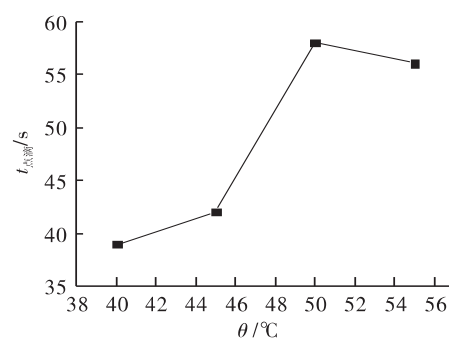


图 2 磷化温度对磷化膜耐蚀性的影响

由图 2 可知,随着磷化温度的升高,硫酸铜点滴试验耐蚀时间增加,当磷化 θ 为 50 $^{\circ}\text{C}$ 时,耐蚀时间达最大值,为 57 s,当磷化温度再升高时硫酸铜点滴试验耐蚀时间有所下降。

2.3 极化曲线测试

采用 1.3 磷化液配方对铝合金试样进行磷化处理,磷化 t 为 20 min,对不同磷化温度条件下的铝合金磷化后的试片进行极化曲线测试,测试结果如图 3 极化曲线拟合数据结构见表 1。

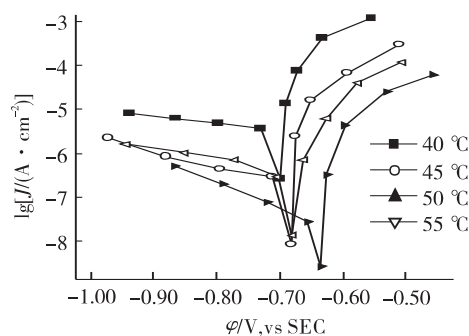


图3 磷化膜极化曲线

表1 极化曲线拟合结果

$\theta_{\text{磷化}} / ^\circ\text{C}$	$\varphi_{\text{corr}} / \text{V}$	$J_{\text{corr}} / (\text{mA} \cdot \text{m}^{-2})$	R_s / Ω
40	-0.7009	2.610	1464
45	-0.6815	0.088	2369
50	-0.6357	0.027	4038
55	-0.6798	0.137	3896

由图3、表1可知,随磷化温度的增加,腐蚀电位与线性极化电阻均先增大后减小,腐蚀电流密度先减小后增加。这是因为电位升高,磷化膜活泼性降低,故腐蚀电流密度减小,线性极化电阻增加。当磷化 θ 为50 °C时,铝合金磷化膜的 φ_{corr} 最大为-0.6357 V, J_{corr} 最小为0.027 mA/m²,线性极化电阻最大为4038 Ω ,耐蚀性最好。

2.4 磷化膜层的表面形貌

图4为磷化 θ 为50 °C时不同放大倍数下的磷化膜表面形貌。

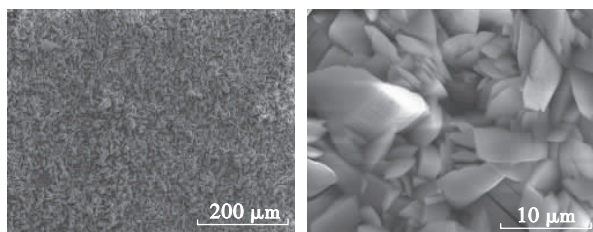


图4 磷化膜的SEM照片

从图4可以看出,磷化膜的结晶均匀细致,表面形貌呈现为片状晶体堆积形成的膜结构,堆积方式比较混乱,片状晶体最大长度为20 μm ,磷化膜为多孔膜结构。

2.5 磷化膜层的能谱分析

磷化膜的能谱分析如图5所示,磷化膜层的平均组成成分列于表2。

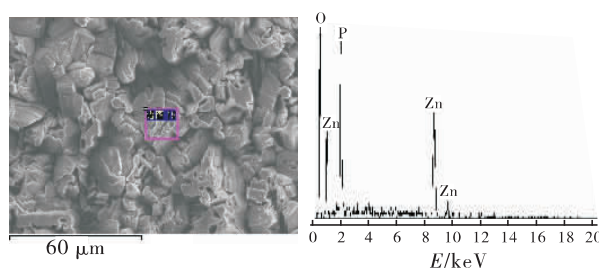


图5 磷化膜层能谱分析图

表2 磷化膜层的平均组分

元 素	$w / \%$	$\chi / \%$
O	34.19	62.81
P	15.23	14.45
Zn	50.58	22.74

从图5和表2可以看出,铝合金磷化膜层的平均组成元素主要是Zn、P和O,磷酸锌为磷化膜的主要物质。

3 结 论

采用锌系磷化液对LY12硬铝合金进行磷化处理。通过测量膜面质量、硫酸铜点滴试验、极化曲线测试等考查了磷化温度对磷化膜性能的影响;结果表明,当磷化 θ 为50 °C时,磷化膜外观颜色呈浅灰色,均匀光亮,膜面质量达5.18 g/m²,硫酸铜试验耐蚀时间为57 s,铝合金磷化膜的 φ_{corr} 最大为-0.6357 V, J_{corr} 最小为0.027 mA/m²,线性极化电阻最大为4038 Ω ,耐蚀性最好。磷化膜表面形貌呈片状晶体层层堆积结构,磷化膜层的组成元素主要是Zn、P和O。

参考文献

- [1] 曹鹏军, 许海东. 铝合金的转化膜处理工艺研究[J]. 表面技术, 2003, 32(2): 44-46.
- [2] 张圣麟, 张小麟. 铝合金无铬磷化处理[J]. 腐蚀科学与防护技术, 2008, 20(4): 279-282.
- [3] 孔祥峰, 任广军. 铝合金磷化工艺研究[J]. 电镀与精饰, 2010, 32(7): 32-34.
- [4] 李敏娇, 张树林, 王述林, 等. 铝合金无铬磷化技术的研究[J]. 有色金属加工, 2008, 37(1): 48-61.