

酸洗对基体表面粗糙度的影响

张友亮¹, 邓志伟², 张守华²

¹安泰爱科科技有限公司, 山东 淄博

²安泰科技股份有限公司, 北京

收稿日期: 2023年6月13日; 录用日期: 2023年7月19日; 发布日期: 2023年7月27日

摘要

本文研究了在前处理酸洗液中加入粗化剂, 钕铁硼基体表面获得良好粗糙度的前处理酸洗工艺。试验结果表明, 合适的酸洗粗化剂浓度是钕铁硼基体获得良好粗糙度的关键。用有机晶体粉末作为粗化剂可以获得粗糙度良好的基体表面。同时还研究了酸洗浓度、酸洗温度以及酸洗时间对钕铁硼基体表面粗糙度的影响。

关键词

粗化剂, 粗糙度, 酸洗温度, 钕铁硼

Effect of Pickling on Surface Roughness of Matrix

Youliang Zhang¹, Zhiwei Deng², Shouhua Zhang²

¹AT&M Magco Technology Co., Ltd., Zibo Shandong

²Advanced Technology & Materials Co., Ltd., Beijing

Received: Jun. 13th, 2023; accepted: Jul. 19th, 2023; published: Jul. 27th, 2023

Abstract

In this paper, the pretreatment pickling process of NdFeB substrate surface with good roughness was studied by adding roughening agent into the pretreatment pickling solution. The test results show that suitable concentration of pickling roughening agent is the key to obtain good roughness of NdFeB matrix. The matrix surface with good roughness can be obtained by using organic crystal powder as roughening agent. The effects of pickling concentration, pickling temperature and pickling time on surface roughness of NdFeB substrate were also studied.

Keywords

Coarsening Agent, Roughness, Pickling Temperature, NdFeB

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

钕铁硼永磁材料作为目前磁性最强的材料,被广泛应用于电子、电力机械、医疗器械、玩具、包装、五金机械、航天航空等领域[1]。电镀作为提高钕铁硼永磁材料耐蚀性的一个有效解决途径,已被广泛应用于钕铁硼表面处理工艺[2]。钕铁硼产品进行表面处理前,首先经过研磨倒角处理[3],此过程会降低工件的表面粗糙度[4] [5];然后经过前处理酸洗,酸洗是钕铁硼前处理工艺中重要参数之一。钕铁硼酸洗的目的是去除产品表面的氧化皮及控制产品的公差尺寸。而烧结钕铁硼所用的工艺为粉末冶金烧结而成的,所以其具有一定的孔洞,如果酸洗液进入孔洞,就会发生化学腐蚀,同时钕铁硼基体主要也是由三种活泼的金属相(主相 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相、富 Nd 相和富 B 相等)组成的,加剧了表面的腐蚀作用。总而言之,如果钕铁硼要酸洗,就必发生化学或电化学腐蚀,但我们可以改良酸洗工艺配方,降低酸洗液对钕铁硼基体的腐蚀程度。

孙臣,张伟[6]等人进一步研究了超声波清洗、酸液浓度和酸洗时间等工艺参数对镀层结合力的影响。将钕铁硼样品分别经过 40 mL/L, 60 mL/L, 80 mL/L 和 100 mL/L 硝酸(65%)酸洗,用电镜拍摄表面形貌,发现酸洗后表面变粗糙,且随酸洗浓度的提高,粗糙度上升,表面孔洞也增多,范围扩大。在硝酸浓度为 60 mL/L 时,镀层结合力达到最大值,大于 25 Mpa。并分析了硝酸浓度高、低对镀层结合力的影响,当浓度低于和高于 60 mL/L 时,镀层与基体间的结合力稍差;当硝酸浓度为 60 mL/L 时,酸洗时间 30~40 s,得到的表面镀层与钕铁硼基体结合力最高,其值大于 27 MPa。也有相关资料[7] [8]报到,酸洗溶液中加入辅助添加剂能够提升酸洗质量。

鉴于现代仪器仪表、光学设备、家用电器以及交通工具的许多零部件的表面都要求色泽柔和以防炫目,便于装配和使用;再者,为保证零部件与母体的粘胶性,镀层表面的粗糙度更不容忽视。

针对这一现状,本文探讨了酸洗浓度、时间、温度及粗化剂等因素对钕铁硼基体表面粗糙度的影响,提出了获得基体表面良好粗糙度的方案。

2. 实验

2.1. 试验仪器

SJ-410 粗糙度仪; BSM-220.4 电子天平。

2.2. 工艺流程

超声除油→热水洗→二级水洗→酸洗除锈→二级水洗→超声波去灰→水洗→吹干→粗糙度测试。

2.3. 酸洗溶液的组成及操作条件

为获得一定粗糙度的基体表面,前处理过程中,需要对酸洗工序进行控制,酸洗液的组成及工艺条件见表 1。

Table 1. Composition and process conditions of pickling solution
表 1. 酸洗液组成及工艺条件

组成	工艺条件
硝酸(HNO ₃ , 65%~68%)	55~65 mL/L
粗化剂	10~30 g/L
时间	30~120
温度	室温

2.4. 粗糙度测试

表面粗糙度是指加工表面具有的较小间距和微小峰谷的不平度。其两波峰或两波谷之间的距离(波距)很小,它属于微观几何形状误差。表面粗糙度越小,则表面越光滑。基体表面的粗糙度不同,直接影响其表面镀层的性能:影响镀层的耐磨性,镀层表面越粗糙,其磨擦阻力越大,镀层磨损的就越快。影响镀层与组合件的连接,镀层表面越粗糙,结合剂与镀层表面的浸润性越好,镀层与结合剂咬合的越紧密,所谓的“锁扣效应”也就越明显,镀层与配合件的连接强度自然越牢固;反之,镀层与配合件的连接强度就减弱。影响镀层的耐腐蚀性能,镀层表面越粗糙,易使腐蚀性的气体或液体积聚镀层凹谷内,发生原电池反应,进而破坏镀层的完整性。

表面粗糙度的测试方法主要有四种:干涉法、触针法、比较法和光切法。

本实验使用粗糙度测量仪(Mitutoyo SJ-40),利用仪器的测针与被测表面接触,使测针沿其表面轻轻划动来对酸洗后的产品进行粗糙度(Ra 值)测试。

3. 实验结果与讨论

影响因素正交试验

钕铁硼永磁材料整个表面处理过程,对其基体以及表面镀层的性能,影响最大的是前处理酸洗过程,酸洗不当,基体会出现过腐蚀或弱腐蚀现象,直接会影响镀层的各种性能。本实验过程重点考察了酸洗过程对基体表面粗糙度的影响,以便有效指导生产,确保镀层的可靠性。具体过程如下:

本文在酸洗液浓度 45 mL/L,以酸洗时间、酸洗液温度、粗化剂的含量为 3 因素作 4 水平正交试验,以确定最优工艺参数。因素位级表见表 2:

Table 2. Factor level table

表 2. 因素位级表

代号	因素 参数 水平	1	2	3	4
A	酸洗时间/(s)	30	60	90	120
B	酸洗液温度/(°C)	5	10	15	20
C	粗化剂含量/(g/L)	10	15	20	25

按照 L₁₆(3⁴)正交表进行试验,然后对钕铁硼基体的粗糙度(R)、外观状态(a)分别进行 10 分制评定,

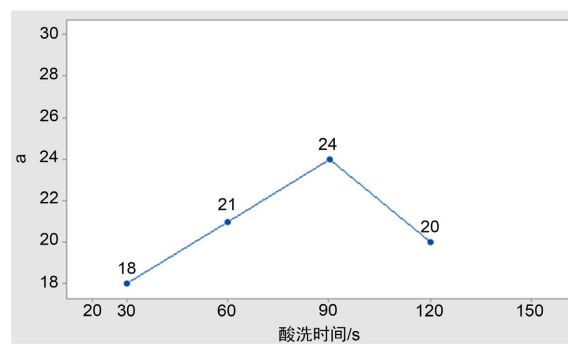
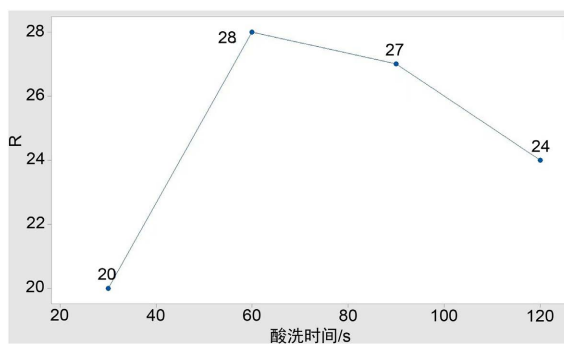
结果见表 3。

Table 3. Test results
表 3. 试验结果表

序号 结果 因素	酸洗时间 A/(s)	酸洗液温度 B/(°C)	粗化剂含量 C/(ml/L)	粗糙度 R	外观状态 a	综合得分 T
1	30	5	10	5	5	10
2	30	10	15	4	5	9
3	30	15	20	5	4	9
4	30	20	25	6	4	10
5	60	5	15	7	5	12
6	60	10	10	6	6	12
7	60	15	25	8	5	13
8	60	20	20	7	5	12
9	90	5	20	8	5	13
10	90	10	25	8	6	14
11	90	15	10	5	7	12
12	90	20	15	6	6	12
13	120	5	25	8	4	12
14	120	10	20	7	5	12
15	120	15	15	5	6	11
16	120	20	10	4	5	9

从表 3 可以得到酸洗时间(A)、酸洗液温度(B)、粗化剂含量(C)对粗糙度(R)、外观状态(a)及综合性能(T)的影响趋势图,如图 1、图 2、图 3 所示。

由图 1 可以看出,随着酸洗时间的延长,钎铁硼基体性能呈现先上升后降低的趋势;当酸洗时间为 90 s 时,基体的粗糙度(R)值和外观状态(a)都得到较好的结果,且综合得分(T) 14 为最高,即基体的综合性能达到最佳值。



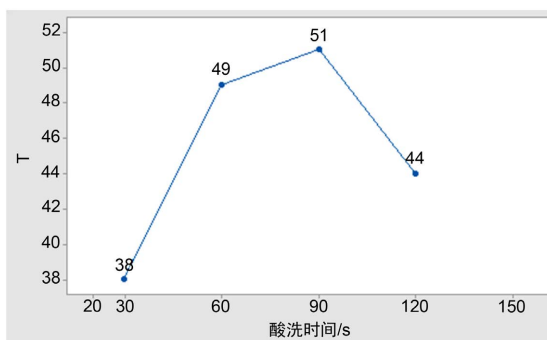


Figure 1. Trend diagram of influence of pickling time on matrix properties

图 1. 酸洗时间对基体性能的影响趋势图

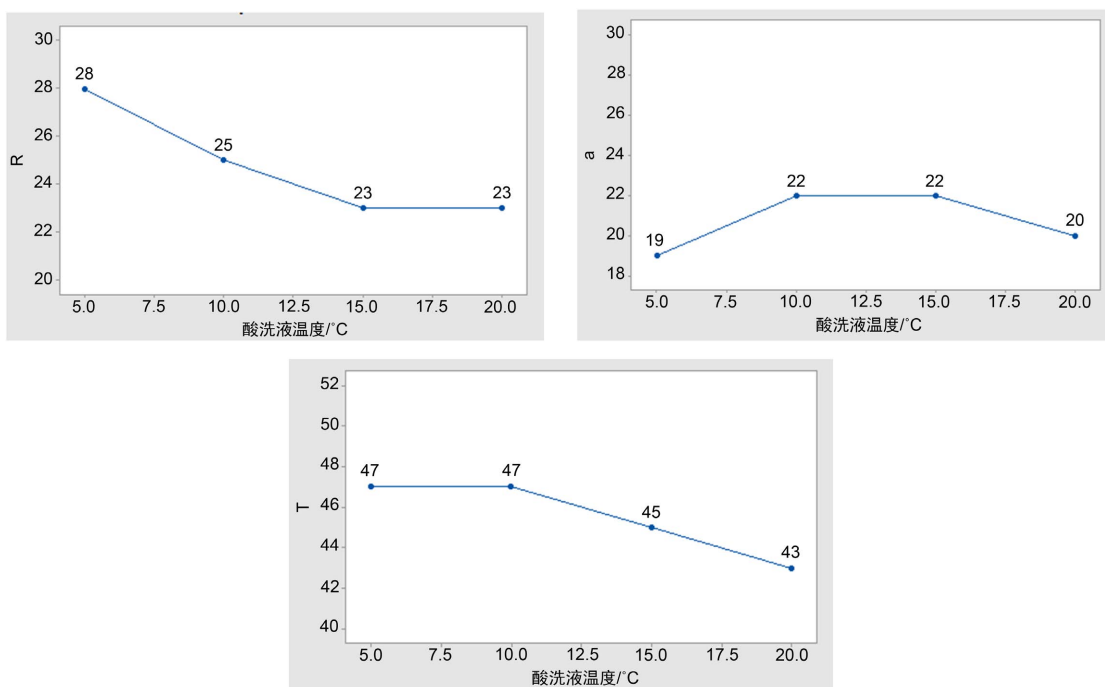
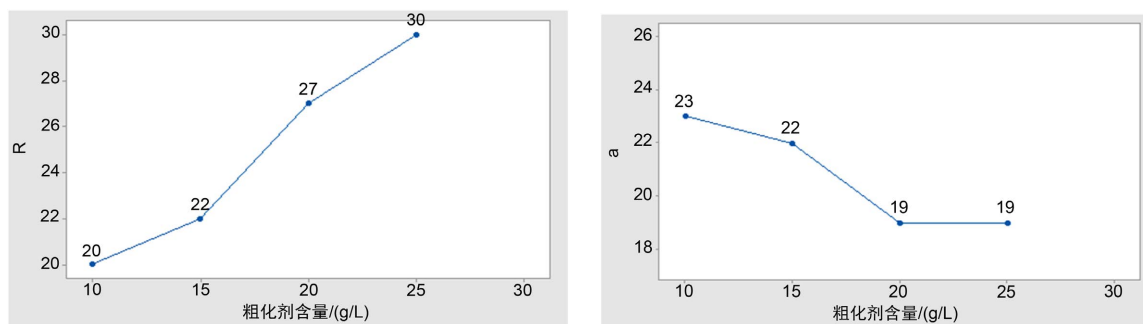


Figure 2. Trend diagram of influence of pickling temperature on matrix properties

图 2. 酸洗液温度对基体性能的影响趋势图

由图 2 可以看出, 随着酸洗液温度的增加, 钕铁硼基体表面的腐蚀主要是与酸液之间的化学反应, 几乎无晶相间的原电池加速腐蚀, 均匀进行的腐蚀反应等同于对基体表面进行了一次弱光饰, 因而导致钕铁硼基体性能粗糙度(R)出现降低的趋势; 当酸洗液温度保持在 5°C~10°C 时, 基体的综合性能达到最佳值。



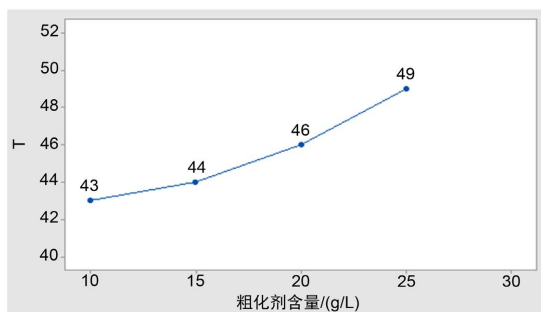


Figure 3. Trend diagram of influence of coarsener content on matrix properties
图 3. 粗化剂含量对基体性能的影响趋势图

由图 3 可以看出,随着酸洗液中粗化剂含量的增加,加速了富钕相的快速腐蚀,使得钕铁硼基体性能呈上升的趋势;考虑到酸液的后期处理,当粗化剂的含量为 20 g/L 时,基体的综合性能较佳。

4. 结论

本文通过上述试验,得出以下结论:

- 1) 在酸洗液浓度一定的情况下,酸洗时间、酸洗液温度以及酸洗粗化剂对基体表面粗糙度都有一定程度的影响。
- 2) 在酸洗液浓度 45 mL/L,粗化剂的含量为 20 g/L,酸洗液的温度范围 5°C~10°C 时,酸洗时间 90 s,得到的钕铁硼基体粗糙度适宜、性能较佳。
- 3) 同时依据客户需求,可以灵活调整基体的粗糙程度,对现场的生产过程有较强的指导意义。

参考文献

- [1] 宋振纶,李卫.钕铁硼永磁材料表面防护技术:特点·应用·问题[J].磁性材料及器件,2008(1):1-6.
- [2] 严芬英,赵春英,张琳.钕铁硼永磁材料表面防护技术的研究进展[J].电镀与精饰,2012,34(8):22-28.
- [3] 邓志伟,张友亮,张守华.钕铁硼产品研磨倒角工艺优化[J].当代化工研究,2022(15):180-182.
- [4] 张守华,张友亮,邓志伟.镀液添加剂对镀层内应力影响的研究[J].化工管理,2021(6):85-86.
- [5] 张友亮,李滨,张蒙,等.钕铁硼永磁材料沙镍工艺研究[J].信息记录材料,2021,22(7):23-25.
- [6] 孙臣,张伟,严川伟.前处理对烧结钕铁硼化学镀镍结合力的影响[J].腐蚀科学与防护技术,2009,21(2):212-214.
- [7] 杨恒修,冒守栋,宋振纶.酸洗对钕铁硼磁体电镀镍层防护失效的影响[J].稀有金属材料与工程,2011,40(12):24-26.
- [8] 黄刚.国内为Nd-Fe-B永磁防锈处理技术新进展[J].材料保护,1993,26(2):4-5.