

Никелирование: КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ПОКРЫТИЯ

Нанесение покрытия NiP (никель-фосфор) методом химического восстановления представляет собой автокаталитическую химическую реакцию, при которой происходит осаждение слоя никель-фосфорного сплава на подложку. В отличие от электролитического осаждения для этого процесса не требуется пропускать электрический ток через раствор для образования покрытия. Толщина покрытия обычно варьируется от 1 до 6 мкм в зависимости от назначения изделия. Содержание фосфора (P) в сплаве может быть от 3% (низкое) до 12% (высокое) по ГОСТ 9.305-84. Структура и физико-химические свойства никель-фосфорных покрытий во многом определяются количеством фосфора в них.

Александра Новикова

nan@synercon.ru

Екатерина Горовая

chemguide@mail.ru

Введение

Нанесение покрытий методом химического восстановления имеет ряд преимуществ по сравнению с методом электролитического осаждения: отсутствует зависимость от плотности силовых линий и колебаний в сети электропитания, а также потребность в сложной оснастке или стойках и т. д. Ровный слой покрытия обеспечивается вне зависимости от формы образца (покрытие может быть равномерно нанесено на все выемки и отверстия).

Химическое никелирование широко внедрено в промышленности благодаря ценным свойствам покрытия: твердости, значительной коррозионной и износостойкости. Химически осажденный никель обладает более высокими защитными свойствами из-за меньшей пористости, чем электрохимически осажденный никель, а также потому, что осадки, содержащие в своем составе фосфор, более стойки к агрессивным средам, чем чистый никель.

Основным ограничением в отношении применения этого метода является его относительно высокая стоимость, обусловленная необходимостью поддержания постоянной концентрации основных компонентов раствора и удаления побочных продуктов реакции.

Но благодаря своим свойствам метод нанесения покрытия химического восстановления используется во многих отраслях промышленности, например в автомобильной (шестеренки коробки передач и подшипники), электронной (разъемы и печатные платы), нефтехимической (задвижки на нефтепромыслах), при производстве компьютеров (приводы жестких дисков) и т. д.

Уменьшить себестоимость этого метода можно путем построения технологического процесса для получения заданной толщины покрытия с высокой точностью. Важно, чтобы оборудование для нанесения покрытий обеспечивало соответствующую толщину покрытия и соответствующее содержание фосфора,

что в свою очередь гарантирует надлежащую функциональность деталей с нанесенным покрытием.

Разработаны различные методы определения толщины покрытия никель-фосфор (ГОСТ 9.302-88): кулонометрический, магнитный, термоэлектрический, радиационный, гравиметрический, профилометрический, металлографический. Относительная погрешность при применении этих методов может достигать 10% (и даже 15% — при использовании магнитного метода). Некоторые из этих методов являются разрушающими, что требует дополнительных затрат на изготовление образцов-«свидетелей».

Одним из обычных способов измерения является оценка слоя никеля посредством простого поперечного разреза образца (ГОСТ 9450-76). Однако при этом можно получить неверные результаты, так как лаборанты по-разному готовят образцы. К тому же при использовании этого метода возникают излишние отходы материалов и возрастают трудозатраты. При таком методе контроля нет возможности определить процентное содержание фосфора в нанесенном покрытии.

В отличие от металлографического метода контроля толщины покрытия анализатор X-Strata980 обеспечивает проведение быстрого и точного неразрушающего исследования никелевых покрытий с высокой точностью при минимальной подготовке образца и даже при ее отсутствии. Этим измерительным прибором очень легко пользоваться, и работать с ним может не только технический персонал. Прибор имеет прочную и надежную конструкцию, поэтому его можно применять в самых сложных промышленных условиях.

Общая информация о приборе и программном обеспечении

Прибор X-Strata980 компании Oxford Instruments представляет собой высокопроизводительный настольный энергодисперсионный рентгено-флуорес-



Рис. 1. Анализатор X-Strata980

центный спектрометр с микрофокусировкой для определения толщины многослойных покрытий и анализа химического состава на небольших площадях поверхности. Он соответствует требованиям в отношении методов испытаний стандартов ISO 3497, ASTM B568 (Американское общество по испытаниям и материалам) и DIN 50987. Комбинация рентгеновской трубки мощностью 100 Вт с микрофокусировкой, высокопроизводительного детектора на основе кремниевого PIN-диода (точечного диода), охлаждение которого осуществляется на основе эффекта Пельтье, и ряда фильтров рентгеновской трубки обеспечивает высокую чувствительность и низкие предельные значения для всех элементов, определяемых при анализе.

Режим многократного проведения анализа можно установить с помощью программируемого столика, позиционируемого по осям XY. Например, за один прогон можно провести измерение для различных точек на одном или нескольких образцах. Двухкоординатный позиционирующий столик может работать в непрерывном режиме и сканировать образцы для получения среднего значения любого неравномерного распределения элементов.

Анализатор X-Strata980 (рис. 1) работает под управлением SmartLink, программного

обеспечения с интуитивным интерфейсом, совместимого со средой Microsoft Windows. SmartLink обеспечивает проведение полуколичественного анализа (измерение фундаментальных параметров), при котором отсутствуют эталонные образцы или их количество ограничено, а также полного количественного анализа (эмпирических калибровок) при наличии эталонных образцов.

Подготовка образцов

Фактически подготовка образцов не требуется, так как большая камера анализатора X-Strata980 может использоваться с образцами как маленького, так и большого размера. По существу, нужно просто поместить образец на аналитический столик прибора X-Strata980, закрыть дверку и сфокусировать прибор на той области, где необходимо провести измерения, используя при этом интегрированную фокусировку лазерного луча и видеокамеры.

Калибровка

Для получения наилучших результатов при определении как содержания фосфора при нанесении NiP, так и толщины этого покрытия, необходима эмпирическая калибровка.

Параметры метода:

- фокусное расстояние — 12,7 мм;
- диаметр коллиматора — 1,27 мм;
- напряжение рентгеновской трубки — 18 кВ;
- сила тока рентгеновской трубки — 0,15 мА;
- фильтр первичного излучения — отсутствует.

Технические характеристики и результаты

Обобщенная информация о калибровке для определения содержания фосфора и толщины покрытия при нанесении покрытия NiP на железе приведена в таблице 1.

Таблица 1. Обобщенная информация о характеристиках калибровки

Вещество, определяемое при анализе	Диапазон измерений	Стандартная ошибка калибровки	Оценка предельного значения чувствительности (3σ)	Точность в средней части (уровень достоверности 95%)
Содержание P, %	3,4–11,2	0,4	1,1	0,8
Толщина покрытия NiP, мкм	5–23	0,3	0,8	0,02

Результаты измерения

С помощью созданной программы были проведены измерения толщины и химического состава покрытий NiP на стали. Результаты измерений приведены в таблице 2.

Таблица 2. Анализ покрытия NiP

	Толщина NiP, мкм	Содержание P, %
	11,1	8,3
	10,1	8,8
	9,6	8
	7,2	8,1
	8,5	7,7
Среднее значение	9,3	8,18
Стандартное отклонение	1,5	0,41

Анализатор X-Strata980 позволяет проводить измерение толщины и химического состава различных покрытий на любых основаниях, например покрытия ZnNi на стали. Результаты этого измерения приведены в таблице 3.

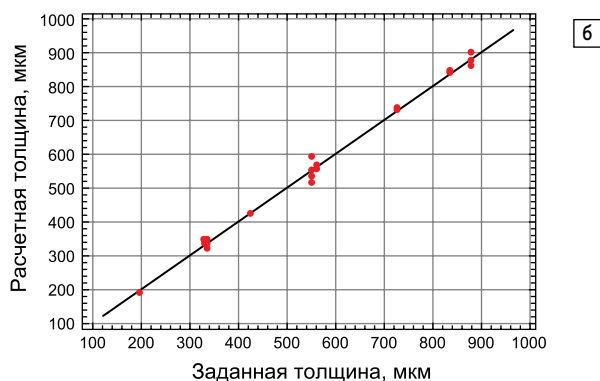
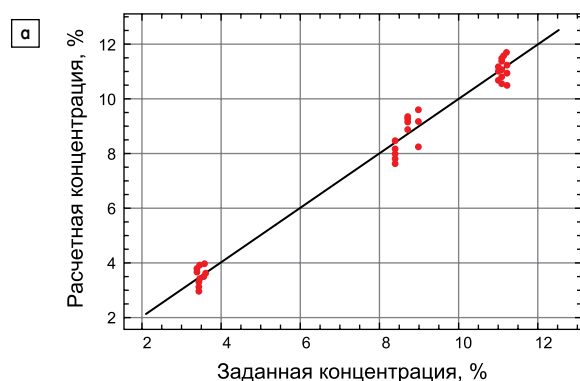


Рис. 2. Калибровочный график: а) содержание P; б) толщина PNi

Таблица 3. Анализ покрытия ZnNi

Толщина ZnNi, мкм	Содержание Ni, %	Содержание Zn, %
37,7	6,8	93,2
25,7	7,7	92,3
13,6	14,7	85,3
6,2	20,8	79,2
7	18,1	81,9
6,1	16,7	83,3
6,2	18,6	81,4
5,7	16	84
5,3	20,6	79,4

Заключение

X-Strata980 представляет собой простое, но универсальное, быстрое и экономичное решение для определения содержания фосфора и толщины покрытий, полученных методом химического восстановления как небольших, так и крупных деталей (высотой до 220 мм), при осуществлении контроля качества в гальванических цехах. Наличие в приборе мощной рентгеновской трубки и Si-PIN детектора с высокой разрешающей способностью обеспечивает надежные, воспроизводимые результаты при короткой продолжительности измерений (5 с). Используя набор эталонных образцов с известными характеристиками, можно провести эмпирическую калибровку для получения точных результатов, покрывающих широкий диапазон состава покрытий и их толщины.

Анализатор X-Strata980 можно разместить на производственном участке, и им может пользоваться любой персонал, а не только сотрудники лаборатории, при контроле каче-

ства продукции в течение 24 ч в сутки 7 дней в неделю.

Перечислим преимущества X-Strata980:

- Выполняет неразрушающий контроль химического состава и толщины покрытия с относительной погрешностью не более 1 и 5% соответственно.
- Проводит неразрушающий анализ толщины многослойного покрытия на готовых изделиях (до 4 слоев одновременно, основание-любой материал).
- Проводит анализ в заданной точке поверхности образца (минимальная площадь измерения 0,03 мм²).
- Выполняет экспресс-анализ содержания основного металла в гальванической ванне с относительной погрешностью не более 1%.
- Результаты измерения оформляются в виде готового отчета по форме предприятия.
- Возможен экспорт данных в форматы *.txt*, *.xls*, *.pdf*.
- Результаты измерений надежны, благодаря тому что производство компании Oxford Instruments Analytical сертифицировано по стандартам.
- Результаты измерений на различных образцах точны за счет выбора между эмпирическими калибровочными моделями и методом фундаментальных параметров.
- Осуществляется защита сотрудника лаборатории от излучения, так как измерительная камера полностью закрыта.
- Размещается на небольшой поверхности за счет компактного дизайна анализатора. Дополнительное оснащение рабочего места не требуется.

- Высокая воспроизводимость результатов благодаря устройству лазерной фокусировки для автоматического определения правильного положения по оси Z при желаемом фокальном расстоянии.
- Увеличение производительности в расчете на одного сотрудника, так как применяется гибкое программное обеспечение на основе метода фундаментальных параметров (SmartLink FR) на платформе Windows XP (со встроенным генератором отчетов (Report Generator LE)).
Применение X-Strata980 в условиях предприятия позволит:
- Повысить производительность и улучшить управление процессом.
- Минимизировать издержки производства при операциях металлизации и обработки и увеличить выпуск продукции.
- Проводить неразрушающий контроль толщины покрытий, в том числе на готовых изделиях.
- Проводить экспресс-анализ химического состава сплавов, в том числе сплавов драгоценных металлов.
- В 10 раз сократить время проведения анализа толщины покрытий (по сравнению с металлографическим методом).
- В 1,5 раза сократить расход исходных материалов.
- Уменьшить себестоимость готовой продукции за счет сокращения расходов на материалы и времени контроля.
- Повысить качество выпускаемой продукции благодаря получению равномерного покрытия.