Vol. 19, No. 11 Nov.,2003

# Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 纳米复合材料镀层的 XPS 和 AES 研究

李小华\*·1 马美华1 孙幼红1 忻新泉2 (1南京晓庄学院化学系,南京 210017) (2南京大学配位化学研究所,配位化学国家重点实验室,南京 210093)

采用化学复合镀技术,在 Q235 碳钢片表面制备了 Cu-Sn-P-LiMn2O4 纳米复合材料镀层。用扫描电子显微镜 (SEM) 观察外 貌;称重法测定厚度;通过 5% NaCl 溶液、1% H2S 气体加速腐蚀试验、抗粘性试验及室温氧化试验等多种手段测定其性能。用 X-射线光电子能谱(XPS)及俄歇电子能谱(AES)测定其价态及组成。结果表明: Cu-Sn-P-LiMn2O4 纳米复合材料镀层的性能优于 Cu-Sn-P 合金镀层,复合材料镀层的原子个数百分组成约为 (%): Cu 80.00, P 4.50, O 6.00, Sn 1.50, C 3.50, Li 1.50, Mn 3.00。Cu-Sn-P-LiMn2O4 占镀层的 96.50%。

关键词:	Cu-Sn-P-LiMn2O4	纳米复合权	料镀层	化学复合
分类号:	0614. 121	0614. 43 * 2	0613.62	

纳米粒子由于其独特的物理化学性能已被用 于制备各种纳米复合材料,如填充、插层和杂化等纳 米复合材料<sup>[1]</sup>。利用化学复合镀的手段将纳米粒子 分散在化学镀层中报道较少。我们在多年从事表面 修饰工作的基础上,利用自制的具有一定性能的纳 米粒子,已研究制备了 Ni-P-SiO<sub>2</sub>(CeO<sub>2</sub>、Zn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>、 ZnSnO<sub>3</sub>、ZnSiO<sub>3</sub>)等纳米复合材料镀层<sup>[2-7]</sup>。然而,耐 腐蚀性的铜镀层的制备较困难,一般是涂以透明油 漆或化学法形成一层保护膜<sup>[8-13]</sup>,以提高其抗变色 能力。通过改变镀层组成以达到提高耐腐蚀性效果 的报道甚少<sup>[14-18]</sup>。因此,我们在过去工作的基础上, 采用化学复合镀的手段,利用自制的纳米粒子,研究 制备了 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>纳米复合材料镀层。获得了 预期的效果,其耐腐蚀性强于 Cu-Sn-P 合金镀层。

# 1 实验部分

# 1.1 样品制备

2cm×5cm的碳钢片( $Q_{235}$ )金相砂纸(1#~6#) 打磨 → MgO 粉抛光除油 → 水洗 → 稀硫酸活化 (10~20s) → 水洗 → 纳米复合化学镀 1h(间歇恒 温磁力搅拌) → 水洗 → 丙酮洗 → 冷风吹干 → 置 于干燥器中备用。

镀

LiMn<sub>2</sub>O4 通过固相反应而获得<sup>[19,20]</sup>,系难溶于 水、镀液,稳定的复合氧化物纳米微粒(Li<sub>2</sub>O、Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、 MnO<sub>2</sub>)。纳米微粒与阳离子表面活性剂及非离子型 表面活性剂混合均匀后,超声处理45min,再与铜-锡-磷镀液(pH为7)混合,继续超声1h,即为铜-锡 -磷-纳米微粒化学复合镀液,其组成及条件见表 1。其中超声设备采用 KS-600T 型超声波清洗器(昆 山超声仪器有限公司),输出功率200W,频率 50kHz。

耐腐蚀性能

所用试剂均为市售 A. R. 级。

Cu-Sn-P 合金镀层的制备条件与上述相同,只是 镀液中不加纳米粒子。

1.2 样品测试

采用称重法测定镀层的沉积速率及厚度, 镀层 密度取 8.8g·cm<sup>-3</sup>。选取厚度约为 0.3~0.5μm 的 样品进行性质试验。镀层防腐蚀性能试验在室温 20℃下进行,结果为 5 次测定的平均值。将试验样片 分别浸入 5% NaCl 溶液中, 记录溶液及试片随时间 而变化的浑浊和变色程度, 并用称重法测定腐蚀 24h 之间的腐蚀速率; 将试验样片悬挂在透明的改

国家自然科学基金资助项目(No. 20171020), 江苏省自然科学基金资助项目(No. BG2001022)和南京晓庄学院重点项目基金资助项目 (No. 2001NXY06)。

收稿日期: 2003-07-15。收修改稿日期: 2003-09-02。

<sup>\*</sup> 通讯联系人。E-mail: xiaohuali57@163. com

第一作者:李小华,男,46岁,副教授;研究方向:纳米复合材料。

第19卷

表 1	纳米复合化学镀溶液的组成及条件
Table 1	Composition and Condition of Electrole

Nanometer Composite Coating

composition	condition		
$CuSO_4 \cdot 5H_2O \neq (mol \cdot L^{-1})$	0. 022		
NiSO <sub>4</sub> · 6H <sub>2</sub> O $\neq$ (mol · L <sup>-1</sup> )	0. 00038		
$Na_2H_2Y \cdot 2H_2O \neq (mol \cdot L^{-1})$	0. 045		
C4H6O6 (tartaric acid) / (mol · L <sup>-1</sup> )	0.03		
$SnCl_2 \cdot 2H_2O \neq (mol \cdot L^{-1})$	0. 022		
$C_6H_6O_2$ (paradioxybenzence) / (mol · L <sup>-1</sup> )	0.000025		
$NaH_2PO_2 \cdot H_2O \neq (mol \cdot L^{-1})$	0. 10		
OP-21 (neutral surfacant) $\checkmark$ (mol $\cdot$ L <sup>-1</sup> )	0. 05		
$C_{19}H_{42}BrN$ (cationic surfacant) / (mol · L <sup>-1</sup> )	0. 05		
LiMn <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (nanometer particle) $\land$ (mol · L <sup>-1</sup> )	0.020		
рН	7.0		
<i>T/</i> °C	55		
plating time/h	1		

装的玻璃密闭真空干燥器中,内含 H<sub>2</sub>S 气体的体积 为容器的有效体积(空气)的 1%,观察试片变色时 间;按中华人民共和国国家标准 GB 5935-86 贴滤纸 法测孔隙率。抗氧化试验在室温实验室中进行,并 用称重法测定腐蚀 72h 之间的腐蚀速率。抗粘性试 验使用美国 RAME-HART 100 型接触角测量仪测定 各试片表面与水的接触角。

采用 HITACHI X-650 扫描电子显微镜(SEM)观 察镀层的外貌,电子枪发射能量为 20keV。

镀层组成的测定采用美国 Perkin-Elmer PHI-550 ESCA/SAM 多功能电子能谱仪进行 XPS 和 AES 分析。X 射线激发源为 Al 靶, Al Ka X 射线能量 1486. 6eV, 靶电压 10kV、靶电流 40mA。 XPS 全扫描 和高分辨谱测定时通能分别为 100eV 和 50eV、离心 泵工作气压小于 1.33×10<sup>-5</sup>Pa。AES 分析中电子束 压为 3kV、束流为 10 $\mu$ A, 深度剥蚀时 Ar<sup>+</sup>束压为 4kV、束流为 15mA, 溅射面积为 2×2mm<sup>2</sup>, 在此条件 下用 Ta<sub>2</sub>Os 作标准得刻蚀速率约为 12.5nm·min<sup>-1</sup>, 结合能用 Cl s(284.6eV) 标定,测定误差为 ±0.1 eV, 元素的 XPS 高分辨谱用计算机专用程序分峰并 求出其相对含量。

# 2 结果与讨论

## 2.1 纳米复合材料镀层的表观形貌

图 1 为 Cu-Sn-P 合金镀层(a) 和 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>纳米复合材料镀层(b)的表观形貌。可见, 合金镀层表面呈丝絮状分布,而纳米复合材料镀层 表面呈现颗粒状分布。颗粒的大小约 0.1µm,大于



图 1 Cu-Sn-P 镀层 (a)和 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 镀层 (b)的 SEM 昭片

Fig. 1 SEM micrographs of Cu-Sn-P(a) and Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (b) coatings

LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 粒径 (30~40nm)。这是因为表面活性剂在 超声波的帮助下将纳米微粒分散到镀液中,被分散 的纳米粒子在搅拌的作用下撞击到镀件表面而被吸 附,Cu、Sn、P 在纳米粒子表面异相成核形成 Cu、Sn、 P 包覆纳米粒子的结果,因此表面粒径大于纳米粒 子粒径。

## 2.2 纳米复合材料镀层的耐腐蚀性能

液滴在固体表面上的接触角,是衡量该固体能 否被该液体润湿的一种方法,也是判断该表面是否 具有抗粘性能的一种手段。液体在固体表面越能铺 展,接触角越小,润湿性好,粘性强。如能被该液体腐 蚀的话,则粘性强,腐蚀性强。试验结果表明水在 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O4 镀层上的润湿程度小于 Cu-Sn-P 镀 层小于 Q<sub>235</sub> 碳钢片,即 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O4 镀层抗水溶 液的粘性较强,也即抗腐蚀性较强。这说明了纳米微 粒的存在不仅改变了 Cu-Sn-P 镀层的外貌,还使其 表面自由能降低。根据润湿条件,表面自由能高的, 液体在其上面越易铺展,因为这样可使体系表面自 由能大大降低。表面自由能越低,液体在其上面越不 易铺展,抗粘性越强,即抗腐蚀性能越强。从下面的 抗腐蚀性能试验中可看到这一点。

由表 2 可见, Cu-Sn-P 试片置于盐水中 0.5h 时, 片上出现少量小斑点; 2h 时,试片腐蚀面积达 10%, 溶液出现轻微浑浊; 8h 时,腐蚀面积达 35%,溶液浑 浊程度加深。而 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O4 试片在 0.5h 时溶 液无变化; 2h 时试片才出现小斑点,长时间内变化 不明显。Q235 碳钢片腐蚀最快。无论从试片在盐水中 的变化情况来看还是从腐蚀速率来看,都可得出: Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O4 纳米复合材料镀层抗盐水性能强 于 Cu-Sn-P 镀层,而两者都强于 Q235 碳钢片。在 H2S

#### 李小华等: Cu-Sn-P-LiMn2O4 纳米复合材料镀层的 XPS 和 AES 研究

· 1193 ·

れた 一方											
Table 2         Results of the Accelerated Corrosion Tests											
coating samples	water contact- angle/(°)	salt water dipping∕h•					H <sub>2</sub> S tarnish	corrosion rate/ $(\mathbf{g} \cdot \mathbf{m}^{-2} \cdot \mathbf{h}^{-1})$			
		0.5	1	2	4	8	10	21	/ min <sup>b</sup>	salt water	room tem. OX.
Q235 steel plate	66	25(0)	30(1)	35(1)	55(2)	80(2)	95(3)	100(3)	10	0. 0 <b>8958</b>	0. <b>005556</b>
Cu-Sn-P	72	1(0)	5(1)	10(1)	25(1)	35(2)	50(3)	75(3)	2	0. 0 <b>6458</b>	0. <b>00416</b> 7
Cu-Sn-P-LiMn <sub>2</sub> O4	76	0(0)	0(0)	1(0)	3(1)	8(2)	12(2)	30(3)	3	0. <b>04692</b>	0. <b>00</b> 347 <b>2</b>

"The numbers mean the percentage of the sample surface that be corroded. The parenthetical numbers mean the appearance of solution 0: clear, 1: faint muddy, 2: light muddy. 3: obviously muddy. <sup>b</sup>Faint tarnish.

气氛中的变色情况, Cu-Sn-P 试片 2min 时已小面积 变色, 3min 时大面积变色; 而 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O4 试片 3min 时才开始变色。即抗 H<sub>2</sub>S 气体的腐蚀性能 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O4 镀层强于 Cu-Sn-P。但均不如 Q<sub>235</sub> 碳钢片。这是由铜和铁的本性所决定的。

室温实验室条件下的氧化实验结果表明, Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 试片室温下不易被氧化。由于 LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 纳米微粒的稳定性好,它的存在阻碍了铜 锡磷基质的氧化;同时根据瓦格纳 (wagner)氧化理 论,铜的氧化速率是由离子迁移所控制的,纳米微粒 的加入阻碍了其迁移,从而使氧化速率降低。

采用中华人民共和国国家标准 GB5935-86 贴 滤纸法测定镀层孔隙率发现,两种镀层均比较致 密。

## 2.3 纳米复合材料镀层的组成

2.3.1 AES 分析

图 2 为 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 纳米复合材料镀层 Ar\*溅射前后的 AES 全谱(a)和(b)。从图 2(a)中看, 镀层表面存在 C、O、P、Sn、Cu、Li、Mn 元素<sup>[21]</sup>; 2mm×2mm 溅射 26min 后 (图 2(b)), C 峰几乎消 失,O 峰减弱, P、Sn、Li、Mn 峰保留, Cu 峰加强,说明 复合镀层的主要组成元素为 O、P、Sn、Cu、Li、Mn。

其相对含量据 AES 深度剥蚀图组成恒定时求 得见图 3。表面由于吸附和氧化,碳、氧含量较高, 40s 后含量就下降了,在 600~1400s 之间,组成相对 较恒定,由此得原子个数百分组成(%)约为: Cu 80.00, P 4.50, O 6.00, Sn 1.50, C 3.50, Li 1.50, Mn 3.00。Cu-Sn-P-Li-Mn-O 占镀层的 96.50%,由图还可 看出, 溅射 1600s 后铜的含量在逐渐减低,说明快要 见底,此时镀层厚度约 325nm,与称重法得镀层厚度 约为 300~500nm 相一致。

2.3.2 XPS 分析

Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 纳米复合材料镀层 Ar<sup>+</sup>溅射前











Fig. 3 AES depth profile curves of the Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> coating

第19卷

无机化学学报

表 3 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 镀层中各元素的结合能 Table 3 Binding Energy of Elements in the Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Coating (eV)

sample	O1 51/2	P2 p3/2	Sn3 d5/2	Cu2 p3/2	CuL <sub>3</sub> VV	Li 1 s1/2	Mn2 p3/2	C1 s
before	530.943(-2)	129.627(0)	484.613(0)	932. 522(0)	918.000(0)	56.167(+1)	641.987(+3)	- 284. 339(alkyl)
sputtering	531. 338(~2)	133.342(+3)	486.637(+2)	932. 522(+1)	917.000(+1)		642.884(+4)	
after 26min	530. 572( – 2)	129. 549(0)	484. 536(0)	932.678(0)	918.200(0)	56.012(+1)	641.736(+3)	284. 547 (alkyl)
of sputtering							642.653(+4)	

后的 XPS 全谱见图 4(a) 和 4(b)。镀层表面存在 C1s、O1s、O(KVV)、P2s、P2p、Cu2p、Cu3s、Cu3p、Cu (LMM)、Mn(LMM)、Mn2p、Li1s、Sn3d、Sn4 $d^{[22]}$ 。 2mm×2mm 溅射 26min 后 (图 4(b)), C1s 峰很小, O1s 峰稍有减少, Cu2p 峰加强, Cu3s、Cu3p、Cu (LMM)、P、Sn、Li、Mn 峰保留, 同样说明复合材料镀 层主要由 O、P、Sn、Cu、Li、Mn 组成。





Fig. 4 XPS survey spectra of the Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> coating before and after Ar<sup>+</sup> sputtering (a) and (b)

从 Ar<sup>+</sup>溅射前后的高分辨谱来确定各组成元素 的价态。溅射前 C1s 的结合能为 284. 339eV。标准 (CH<sub>2</sub>) a 的 C1s 峰结合能为 284. 6eV, 说明为烷基中 的 C, 即表面活性剂中的 C。溅射后 C1s 峰较弱, 结 合能为 284. 547eV, 同样为表面活性剂中的 C。说明 有少量表面活性剂被带入了镀层。

01s 峰溅射前结合能为 530.943eV, 与 Cu<sub>2</sub>O 的 O1s 结合能 530.40eV 和 MnO2 的 O1s 结合能 530.40eV 比较接近; 而结合能 531.338eV 与 Na2SO4 的 O1s 结合能 531, 8eV 比较接近, 因此 O 以氧化物 的形式及含氧酸盐的形式存在。内部 O1s 峰结合能 为 530. 572eV, 为氧化物中的 O。表面 P2 D3/2 结合能 为 129. 627eV 和 133. 342eV, 与单质 P 和 BaHPO3 的 P2 p3/2 结合能 129.60eV 和 133.50eV 比较接近, 所 以表面 P 以单质及 P (III)含氧酸盐的形式存在。内部 P2 p3/2 结合能 129. 549eV, 与表面存在形式不同, 只 以单质形式存在。表面 Sn3 ds/2 结合能为 484. 613eV 和 486.637eV, 分别与单质 Sn3 ds/2 结合能 484.80 eV 和 SnO 的 Sn3 ds/2 结合能 486.70 比较接近,表明 Sn 以单质和 SnO 的形式存在, 部分锡已被氧化。内 部 Sn3 ds/2 结合能为 484. 536eV, Sn 的存在形式与 表面不同,只以单质形式存在。表面 Cu2 p3/2 结合能 为 932. 522eV, 与单质 Cu 和 Cu2O 的 Cu2 P3/2 结合能 932.40eV 相近, 而 CuLsVV 动能为 918.000eV 和 917.000eV, 分别与 Cu、Cu2O 的 CuL3VV 动能 918.40 eV 和 917.40 相近, 所以 Cu 以单质 Cu 和 Cu2O 形式 存在,同样部分铜已被氧化。内部 Cu2 p3/2 结合能为 932. 678eV, CuLsVV 动能 918. 20eV, 所以铜只以单 质 Cu 形式存在。表面 Lil s1/2 结合能为 56. 167eV, 与 LiCl 的 Li1 si/2 结合能 55.90eV 相近, 说明锂为 +1 价, 即以 Li<sub>2</sub>0 形式存在; 内部 Li1 s<sub>1/2</sub> 结合能为 56.012eV, 锂同样以+1 价 Li2O 形式存在。表面 Mn2 p3/2 的结合能为 641.987eV 和 642.884eV, 分别 与 Mn2O3 的 Mn2 p3/2 结合能 641. 40eV 和 MnO2 的 Mn2 p3/2 结合能 642. 20eV 相近。锰以 Mn2O3 和 MnO2 复合氧化物的形式存在。内部与表面情况同。

由上分析得纳米复合镀层组成为 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>和少量的表面活性剂。原子 (分子) 个数比

· 1195 ·

第11期

Cu: P: Sn: LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: C 为 80.00: 4.50: 1.50: 10.50 (1.50): 3.50。

# 3 结 论

(1)利用 LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 纳米微粒进行化学复合镀获 得了光亮、致密、金黄色的复合材料镀层。

(2) Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 纳米复合材料镀层具有较 好的耐腐蚀性能。其耐盐水、室温氧化的性能均优 于纯 Q<sub>235</sub> 碳钢片、Cu-Sn-P 合金镀层(相近厚度)。

(3)确定了镀层的组成, Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>占镀 层的 96.50%, 3.50% 为表面活性剂中的 C。表面活 性剂的带入不影响镀层的性质。决定镀层性质的主 要因素是纳米微粒,纳米微粒的存在不仅改变了镀 层的外貌,还改变了镀层的表面自由能。纳米粒子 在镀层中的价态没有改变。

## 参考文献

- [1] YAO Li(姚 礼), YANG Bei-Fang(杨碚芳) Wuji Cailiao Xuebao(Chinese Journal of Inorganic Materials), 2003, 18
   (2), 367.
- [2] YU Xiang-Hua, WANG Hong-Yan, YANG Zhen-Rong et al Applied Surface Science, 2000, 158, 335.
- [3] MA Mei-Hua(马美华), CHEN Jin-Xi(陈金喜), LI Xiao-Hua(李小华) et al Wuji Huaxue Xuebao(Chinese Journal of Inorganic Chemistry), 2001, 17(1), 101.
- [4] MA Mei-Hua(马美华), LI Feng(李 峰), LI Xiao-Hua(李 小华) et al Yingyong Huaxue (Chinese Journal of Applied Chemistry), 2001, 18(7), 509.
- [5] PAN Tao, MA Mei-Hua, XIN Fei-Bo et al Applied Surface Science, 2001, 181, 191.
- [6] LI Xiao-Hua(李小华), MA Mei-Hua(马美华), CHEN Chang-Yun(陈昌云) et al Huaxue Yanjiu yu Yingyong (Chinese Journal of Chemical Research and Application), 2003, 15(1), 41.
- [7] LI Xiao-Hua(李小华), MA Mei-Hua(马美华), ZHANG Chang-Li(张长丽) et al Biaomian Jishu(Chinese Journal of Surface Technology), 2002, 31(6), 24.

- [8] YE Xiang-Rong(叶向荣), XIN Xin-Qian(忻新泉) Huaxue Xuebao(Acta Chimica Sinica), 1995, 53, 462
- [9] YE Xiang-Rong(叶向荣), HOU Hong-Wei(侯红卫), XIN Xin-Qian(忻新泉) Yingyong Huaxue(Chinese Journal of Applied Chemistry), 1995, 12(2), 5.
- [10]YE Xiang-Rong(叶向荣), HOU Hong-Wei(侯红卫), XIN
   Xin-Quan(忻新泉) Applied Surface Science, 1995, 89, 151.
- [11] Ye X. R., Xin X. Q., Hou H. W. Plating and Surface Finishing, 1996, 83(5), 142.
- [12]Ye X. R., Xin X. Q., Xin F. B. J. Applied Electrochem., 1997, 27(6), 659.
- [13]WANG Hong-Yan (王红艳), LU Xu-Feng (陆旭峰), YE Xiang-Rong (叶向荣) et al Wuji Huaxue Xuebao (Chinese Journal of Inorganic Chemistry), 1999, 15, 636.
- [14] Li Y. J. Planting and Surface Finishing, 1997, 84(11), 77.
- [15] WU Yu-Cheng(吴玉程), ZHANG Li-De(张立德), LI Guang-Hai(李广海) et al Yingyong Huaxue(Chinese Journal of Applied Chemistry), 1999, 16(1), 65.
- [16] WANG Hong-Yan(王红艳), YE Xiang-Rong(叶向荣), LIU Qin(刘 琴) et al Yingyong Huazue(Chinese Journal of Applied Chemistry), 1999, 16(5), 45.
- [17] LIU Zhen (刘 珍), LIU Yan-Ping (刘燕萍) Cailiao Baohu (Materials Protection), 1998, 31(11), 5.
- [18]Zhu J. J., Ye X. R., Chen H. Y. et al *Electroanalysis*, 1998, 10(8), 579.
- [19] Ye X. R., Jia P. Z., Yu J. Q. et al Adv. Mater., 1999, 11 (11), 941.
- [20] Yu X. H., Li F., Xin X. Q. J. Am. Ceran. Soc., 2000, 83 (4), 64.
- [21] Davis L. E., Mac Donald N. C., Palmberg P. W. et al Handbook of Auger Electron Spectroscopy, Perkin-Elmer: Eden Prairie, MN, 1979, p29 ~ 157.
- [22] Wagner C. D., Riggs W. M., Davis L. E. et al Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy, Perkin-Elmer: Eden Prairie, MN, 1979, p39 ~ 120.

# XPS and AES Investigation of Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Nanometer Composite Coating

LI Xiao-Hua<sup>\*.1</sup> MA Mei-Hua<sup>1</sup> SUN You-Hong<sup>1</sup> XIN Xin-Quan<sup>2</sup>

('Department of Chemistry, Nanjing Xiaozhuang College, Nanjing 210017)

(<sup>2</sup> Coordination Chemistry Institute, State Key Laboratory of Coordination Chemistry, Nanjing University, Nanjing 210093)

The Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanometer composite coating on the surfaces of  $Q_{235}$  steel was prepared by the technology of electroless composite plating. The properties, compositions and morphology of the nanometer composite coating were studied by weighting, scanning electron microscope(SEM), accelerated corrosion, room temperature oxidation, adhesiveness resistance tests, Auger Electron Spectroscopy(AES) and X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS). These investigations showed that the properties of the Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanometer composite coating are superior to Cu-Sn-P alloy coating. The atomic number percentage compositions(%) of nanometer composite coating are Cu 80.00, P 4.50, O 6.00, Sn 1.50, C 3.50, Li 1.50, Mn 3.00, Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 96.50%.

 Keywords:
 Cu-Sn-P-LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>
 nanometer composite coating
 electroless composite plating

 corrosion resistance