

Ni-P-SiC 化学复合镀研究

阳 范 文

(桂林工学院材料工程系 541004)

摘 要 研究了 Ni-P-SiC 化学复合镀配方与工艺, 讨论了 SiC 加入量、表面活性剂、搅拌、pH 及温度等对镀层性能的影响。在最佳镀液配方和工艺条件下, 可制备性能优良的复合镀层, 其磷含量大于 8%, 属于非晶态结构, 耐腐蚀性能优异, SiC 含量大于 3%, 镀层硬度为电镀纯 Ni 的 3~4 倍, 耐磨性能为电镀纯 Ni 的 8~9 倍。

关键词 化学镀; 复合镀层; 碳化硅

分类号 TB304; TB333

化学复合镀技术是近 20 年发展起来的制备金属基复合材料的一种方法。它通过还原剂将金属离子还原, 并与镀液中的陶瓷、树脂或矿物等微粒共沉积而形成复合镀层^[1]。复合镀层具有硬度高、耐磨性能优异、自润滑性能优异等特点^[2~4], 在航空、航天、机械、电子、石油化工等领域显示出广阔的应用前景^[5~6]。

1 实验方法

1.1 镀液配方和工艺

硫酸镍: 20~30g/L; 次亚磷酸钠: 20~30g/L; 络合剂: 18~25g/L; 稳定剂: 0.5~1.5mg/L; 润湿剂: 10~100mg/L; SiC: 10~100g/L; pH: 4~6; T: 80~90℃; 搅拌方式: 间歇搅拌; 搅拌速度: 200~600r/min。

1.2 微粒的前处理及工艺流程

1.2.1 SiC 微粒的前处理 SiC 微粒, 粒径 2.5 μm , 密度 $3.2 \times 10^3 \text{kg/m}^3$, 硬度 HV 为 2875~3230。SiC 微粒必须经预处理除出杂质, 才能加入镀液中。

1.2.2 工艺流程 白铁皮退锌 → 打磨 → 化学除油 $\xrightarrow{\text{酸洗, 水洗}}$ 电解除油
 $\xrightarrow{\text{酸洗, 水洗, 碱洗, 水洗}}$ 化学复合镀 1.5h $\xrightarrow{\text{水洗, 吹干}}$ 测试

1.3 镀层性能测试

1.3.1 复合镀层各成分含量分析 用不锈钢薄片施镀 1.5h, 将镀层剥离干燥, 由中南工业大学分析测试中心协助, 用美国 BARID 公司生产的 ICP-AES(PS-B 真空型) 等离子发射光谱仪测定镀层中 Ni, P, SiC 的含量。

1.3.2 硬度的测定 用 71 型显微硬度计测定镀层的硬度, 每个试样取 3 个不同的位置测试, 然后取平均值。载荷为 200g, 加载时间 10~15s。

1996年6月13日收稿,

作者简介: 阳范文, 男, 1972年出生, 硕士, 助教, 腐蚀与防护专业。

1.3.3 耐磨性能的测试 采用 PM-I 型平磨机, 载荷为 800g, 经 400 次平磨后, 用分析天平称量试片平磨前后质量差 Δm 来表示镀层的耐磨性能。

1.3.4 镀层结构的测定 湖南大学材料测试中心采用 SIMENS D500 型 X-射线衍射仪测定镀层的结构。

2 结果与讨论

2.1 表面活性剂对镀层硬度及耐磨性能的影响

使用表面活性剂 S-1, 微粒在镀液中分散悬浮, 但所获镀层比较粗糙。单独使用表面活性剂 S-2, 镀层外观品质较好, 但因其对微粒润湿效果差, 施镀过程中产生大量泡沫。经反复实验, 发现将 S-1 与 S-2 进行适当组合, 微粒在镀液中分散悬浮, 所得镀层外观品质较好。

随表面活性剂浓度的增加, 镀层硬度略有增加, 当其浓度为 50g/L 时, 硬度值最大, 表面活性剂浓度继续增加, 硬度反而下降。镀层的磨损量随表面活性剂浓度增加而降低, 在 50mg/L 时出现最小值, 然后, 表面活性剂浓度增加, 磨损量又增大。

2.2 SiC 浓度对镀层硬度和耐磨性能的影响

随 SiC 浓度的增加, 镀层硬度增加, 当 SiC 浓度为 40g/L 时, 镀层硬度 HV 达 890, 进一步提高 SiC 浓度, 镀层硬度反而下降, 这是因为 SiC 粒子硬度高, 屈服极限大, 与 Ni-P 合金基质的复合, 显著地提高了基质的塑变抗力, 故复合镀层具有较高的硬度。一般情况, 随粒子共析量增加, 镀层硬度增加。但当 SiC 共析量太大时, 可能导致 SiC 粒子与 Ni-P 基质结合力变差, 这时镀层硬度降低。

随 SiC 浓度增大, 镀层磨损量降低, 当 SiC 浓度为 50g/L 时, 磨损量最小为 1.4mg, 然后进一步提高 SiC 浓度, 磨损量又增大。这是因为 SiC 起着分散强化的作用, 随镀层中 SiC 共析量增大, 分散强化作用增强, 镀层耐磨性能提高, 若 SiC 共析量进一步增大, SiC 粒子与 Ni-P 基质结合力变差, 这种分散强化作用减弱, 耐磨性能下降。

2.3 搅拌对复合镀的影响

搅拌的目的是使镀液中的粒子悬浮于溶液中。搅拌越快, NaH_2PO_2 分解速度越快, 其利用率下降, 镀液中 HPO_3^- 积累量增大, 镀液稳定性变差。故只要保持粒子达到悬浮状态, 搅拌速度越慢越好。

随搅拌速度的增加, 镀层硬度增加, 磨损量减小; 当搅拌速度为 300r/min 时, 硬度最大, 磨损量最小; 搅拌速度继续增加, 镀层硬度下降。

2.4 温度对镀层性能的影响

温度升高, 镀层硬度增大, 磨损量减小; 温度继续上升, 镀层硬度下降, 磨损量增大。比较 $t=88^\circ\text{C}$ 、 90°C 、 92°C 可知, 镀层硬度值相差较大, 可见温度对镀层硬度的影响很大, 施镀过程中必须保持温度在 $(90\pm 1^\circ\text{C})$ 范围内进行。

2.5 pH 值对镀层性能的影响

随 pH 值升高, 镀层硬度增大; 当 pH=4.8 时, 镀层硬度最大; pH 继续上升, 硬度下降。而镀层的磨损量随 pH 值的升高而增大, 然后减小, 当 pH=4.6 时, 磨损量最小, pH 继续上升, 磨损量又增大。镀液的 pH 值随着施镀时间增加而降低, pH 值波动过大, 镀层性能发生相应变化。故 pH 应控制在 4.6~4.8 之间, 施镀之前 pH 值应调至 4.8 为宜。

3 复合镀层的含量分析与结构测试

3.1 复合镀层的含量

对施镀过程中3个不同时期所得镀层分析结果(表1)可知, 镀层成分比较稳定, 磷的重量百分比大于8%, 应属非晶态结构。

3.2 复合镀层结构测试

对试样1进行X-射线衍射分析, 在 $2\theta = 45^\circ$ 出现了“馒头包”的衍射峰, 说明复合镀层在镀态下为非晶态结构。

4 结论

化学复合镀是一种制备颗粒增强金属基复合材料的可行性技术, 在一定的镀液配方和合理的工艺参数($\text{pH} = 4.6 \sim 4.8$, $t = 90^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$, 搅拌速度为 $300\text{r}/\text{min}$)条件下, 所制备的复合镀层磷含量(质量分数)大于8%, 属非晶态结构, 耐蚀性能优异, SiC含量大于3%, 镀层硬度 $\text{HV}600 \sim 900$, 耐磨性为电镀纯镍的8~9倍。

参 考 文 献

- 1 O Takano. Factors Affecting the Formation of Electroless Ni-P-SiC composite Coating. Met, Fin, Soc (Japan), 1988, 39(11): 25~29
- 2 车承焕. 复合镀技术的发展和应. 材料保护, 1991, 24 (9): 4~7
- 3 Talin V T. In the world of Electroless Nickel. Finishing, 1988, (6): 26~27
- 4 郭忠诚. Ni-B-SiC 化学复合镀的研究及应用. 材料保护, 1995, 25 (4): 34~36
- 5 汤皎宁, 谢友柏. Ni-P-PTEE 复合镀层的研究及应用. 材料保护, 1995, 28 (7): 10~11
- 6 《电镀手册》编写组. 电镀手册(一). 北京: 国防工业出版社, 1986. 162~170

STUDY ON ELECTROLESS PLATING OF Ni-P-SiC COMPOSITE COATING

Yang Fanwen

(Department of Material Engineering, Guilin Institute of Technology)

Abstract The process of electroless plating of Ni-P-SiC composite coating has been studied. The effect of the amount of SiC particle, surfactant, agitation, pH and temperature on the properties of coating has been determined. The composite coatings containing 8 percent phosphorus and 3 percent silicon carbide with amorphous structure should be prepared. The corrosion resistance of the composite coating is excellent. The hardness of the composite coating is 3~4 times larger than hardness of pure electrodeposited nickel and the wear resistance is 8~9 times greater than pure nickel.

Key words electroless plating; composite coating; silicon carbide

表1 镀层含量分析

Table 1 Analytic result of the content of coating

试样	沉积速度 $/\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$	镀层分析/%		
		Ni	P	SiC
1	13.0	88.1	8.09	3.9
2	12.2	88.15	8.25	3.6
3	11.6	88.04	8.56	3.4