

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200610020598.6

[51] Int. Cl.

C23C 18/16 (2006.01)

C23C 18/18 (2006.01)

C23C 18/31 (2006.01)

[43] 公开日 2006 年 11 月 8 日

[11] 公开号 CN 1858300A

[22] 申请日 2006.3.30

[21] 申请号 200610020598.6

[71] 申请人 西南科技大学

地址 621010 四川省绵阳市涪城区青龙大道  
中段 59 号西南科技大学

[72] 发明人 刘继光 钟 良 张祖军

权利要求书 1 页 说明书 6 页

## [54] 发明名称

一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀液及  
化学镀方法

## [57] 摘要

一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀液，其特征是：化学镀液的组成和含量为：硫酸镍 15 - 36g/L、高铈酸铵 0.8 - 2.2g/L、柠檬酸钠 10 - 20g/L、乳酸 20 - 30g/L、次亚磷酸钠 15 - 30g/L、氟化钡 5 - 25g/L、氟化钙 5 - 25g/L、硝酸铅 2 - 10mg/L。其化学镀方法包括：将镀件表面清洁和活化处理，再将镀件置于上述的化学镀液中，在 pH 值 5 - 7、温度 85 - 95℃ 下浸镀 10 ~ 60min。采用本发明，在机械零件表面形成的镍铈磷/氟化钡 + 氟化钙复合镀层，可以有效提高机械在超高温 (≥500 - 900℃) 工作环境下的表面减摩耐磨性能，明显延长工作寿命，特别适用于汽轮机叶片、喷气发动机等在高温条件下使用的要求有一定自润滑性能的机械设备。

1、一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀液，其特征是：化学镀液的组成和含量为：

|       |                                                                       |              |
|-------|-----------------------------------------------------------------------|--------------|
| 硫酸镍   | $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$                             | 15-36 g/L、   |
| 高铼酸铵  | $\text{NH}_4\text{ReO}_4$                                             | 0.8-2.2 g/L、 |
| 柠檬酸钠  | $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | 10-20 g/L、   |
| 乳酸    | $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$                                      | 20-30 g/L、   |
| 次亚磷酸钠 | $\text{NaH}_2\text{PO}_4$                                             | 15-30 g/L、   |
| 氟化钡   | $\text{BaF}_2$                                                        | 5-25 g/L、    |
| 氟化钙   | $\text{CaF}_2$                                                        | 5-25 g/L、    |
| 硝酸铅   | $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$                                            | 2-10 mg/L。   |

2、按权利要求 1 所述的制备高温自润滑复合镀层的化学镀液，其特征是：所述的硫酸镍由氯化镍替代。

3、按权利要求 1 所述的制备高温自润滑复合镀层的化学镀液，其特征是：所述的高铼酸铵由高铼酸钾替代。

4、按权利要求 1 所述的制备高温自润滑复合镀层的化学镀液，其特征是：所述的硝酸铅由醋酸铅替代。

5、一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀方法，包括：将镀件表面清洁和活化处理，其特征是还包括：再将镀件置于权利要求 1、2、3 或 4 所述的化学镀液中，在 PH 值 5-7、温度 85-95℃下浸镀 10~60min。

6、按权利要求 5 所述的制备高温自润滑复合镀层的化学镀方法，其特征是：所述浸镀过程中将化学镀液每搅拌 1min 间歇 3min。

## 一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀液及化学镀方法

### 技术领域

本发明属于化学镀覆溶液组合物及化学镀方法，特别涉及一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀液及化学镀方法。

### 背景技术

由于化学镀镍制备的镀层具有耐磨损、耐腐蚀、镀层均匀及良好的磁学性能等优良特点，长期以来受到工业界的极大关注，已在机械、电子、仪器仪表、轻工、交通运输等产业中得到广泛应用。现有技术中，耐高温自润滑镀层一般采用镍磷/氟化钙（Ni-P/  $\text{CaF}_2$ ）化学镀液制备，产品使用时的工作环境温度仅适用于约 600 °C 左右或以下，存在使用寿命较短、使用温度较低等不足。

### 发明内容

本发明的目的旨在克服上述现有技术中的不足，通过采用化学镀将高温固体润滑剂氟化钡（ $\text{BaF}_2$ ）、氟化钙（ $\text{CaF}_2$ ）微粒与镍铼磷（Ni-Re-P）高温合金相复合而得到镍铼磷/氟化钡+氟化钙（Ni-Re-P/ $\text{BaF}_2$ + $\text{CaF}_2$ ）高温自润滑复合镀层的方式，提供一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀液及化学镀方法。

本发明的内容是：一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀液，其特征

是：化学镀液的组成和含量为：

|       |                                                                       |              |
|-------|-----------------------------------------------------------------------|--------------|
| 硫酸镍   | $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$                             | 15-36 g/L、   |
| 高铼酸铵  | $\text{NH}_4\text{ReO}_4$                                             | 0.8-2.2 g/L、 |
| 柠檬酸钠  | $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | 10-20 g/L、   |
| 乳酸    | $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$                                      | 20-30 g/L、   |
| 次亚磷酸钠 | $\text{NaH}_2\text{PO}_4$                                             | 15-30 g/L、   |
| 氟化钡   | $\text{BaF}_2$                                                        | 5-25 g/L、    |
| 氟化钙   | $\text{CaF}_2$                                                        | 5-25 g/L、    |
| 硝酸铅   | $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$                                            | 2-10 mg/L。   |

本发明的内容中：所述的硫酸镍（ $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）由氯化镍（ $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）替代。

本发明的内容中：所述的高铼酸铵（ $\text{NH}_4\text{ReO}_4$ ）由高铼酸钾（ $\text{KReO}_4$ ）替代。

本发明的内容中：所述的硝酸铅（ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ）由醋酸铅（ $\text{Pb}(\text{AC})_2$ ）替代。

上述化学镀液的配制方法是：

1、称取计量的硫酸镍（ $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）或氯化镍（ $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）、高铼酸铵（ $\text{NH}_4\text{ReO}_4$ ）或高铼酸钾（ $\text{KReO}_4$ ）、柠檬酸钠（ $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）、乳酸（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$ ）、次亚磷酸钠（ $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ）、硝酸铅 $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ 或醋酸铅 $[\text{Pb}(\text{AC})_2]$ ，分别用少量水溶解；

2、称取计量的氟化钡（ $\text{BaF}_2$ ）、氟化钙（ $\text{CaF}_2$ ），经酸液清洗干净后，用阳离子和非离子表面活性剂对其作亲水和荷正电表面处理对其进行表

面处理，方法同现有技术；

3、将上述各组分混合成均匀的溶液；

4、用酸（例如 1M 盐酸等）调 PH 至 4-7，加水（较好的是蒸馏水或去离子水）定容。

使用上述化学镀液制备高温自润滑复合镀层的化学镀方法，包括：将镀件表面清洁和活化处理（同现有技术），其特征是还包括：再将镀件置于上述的化学镀液中，在 PH 值 5-7、温度 85-95℃下浸镀 10~60min。

所述浸镀过程中将化学镀液每搅拌 1min 间歇 3min。

使用上述化学镀液的化学镀工艺流程是：

化学除油 → 水洗 → 活化 → 水洗 → 将零件浸入上述化学镀液浸镀 → 水洗 → 干燥 → 检查。同现有技术。

与现有技术相比，本发明具有下列特点和有益效果：

（1）采用本发明，在机械零件表面形成的镍铼磷/氟化钡+氟化钙（Ni-Re-P/ BaF<sub>2</sub>-CaF<sub>2</sub>）复合镀层，可以有效提高机械在超高温（≥ 500-900℃）工作环境下的表面减摩耐磨性能，特别适用于汽轮机叶片、喷气发动机等在高温条件下使用的要求有一定自润滑性能的机械设备；

（2）镍铼磷/氟化钡+氟化钙（Ni-Re-P/ BaF<sub>2</sub>-CaF<sub>2</sub>）复合镀层有效克服了镍磷/氟化钙（Ni-P/ CaF<sub>2</sub>）镀层在超高温环境下工作寿命短的缺陷、使机械设备在超高温环境下的工作寿命明显延长；

（3）本发明组成和工艺简单，制备工艺稳定、条件容易控制，镀层光亮致密、厚度均匀、结合力良好，实用性强。

**具体实施方式**

下面通过实施例对本发明作进一步说明：

实施例 1：

一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀液，每 1 升（L）化学镀液的组成和含量为：

|       |                                                                       |        |
|-------|-----------------------------------------------------------------------|--------|
| 硫酸镍   | $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$                             | 36 g、  |
| 高铼酸钾  | $\text{KReO}_4$                                                       | 2.2g   |
| 柠檬酸钠  | $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | 20 g   |
| 乳酸    | $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$                                      | 30 g   |
| 次亚磷酸钠 | $\text{NaH}_2\text{PO}_4$                                             | 30 g   |
| 氟化钡   | $\text{BaF}_2$                                                        | 25 g   |
| 氟化钙   | $\text{CaF}_2$                                                        | 25 g   |
| 硝酸铅   | $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$                                            | 10 mg。 |

上述化学镀液的配制方法是：

1、称取计量的硫酸镍（ $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）或氯化镍（ $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）、高铼酸铵（ $\text{NH}_4\text{ReO}_4$ ）或高铼酸钾（ $\text{KReO}_4$ ）、柠檬酸钠（ $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）、乳酸（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$ ）、次亚磷酸钠（ $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ）、硝酸铅 $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ 或醋酸铅 $[\text{Pb}(\text{AC})_2]$ ，分别用少量水溶解；

2、称取计量的氟化钡（ $\text{BaF}_2$ ）、氟化钙（ $\text{CaF}_2$ ），经酸液清洗干净后，用阳离子和非离子表面活性剂对其作亲水和荷正电表面处理对其进行表面处理，方法同现有技术；

3、将上述各组分混合成均匀的溶液；

4、用酸（例如 1M 盐酸等）调 PH 至 4-7，加水（较好的是蒸馏水或

去离子水)至1升。

使用上述化学镀液制备高温自润滑复合镀层的化学镀方法是:将镀件表面清洁和活化处理后,再将镀件置于上述的化学镀液中,在PH值5-7、温度85-95℃下浸镀10~60min;浸镀过程中将化学镀液每搅拌1min间歇3min。

经检验,外观、结合力、硬度等各项指标均合格。

#### 实施例2:

一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀液,每1升(L)化学镀液的组成和含量为:氯化镍( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )15g、高铼酸钾( $\text{KReO}_4$ )0.8g、柠檬酸钠( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )10g、乳酸( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$ )20g、次亚磷酸钠 $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ 15g、氟化钡( $\text{BaF}_2$ )5g、氟化钙( $\text{CaF}_2$ )5g、醋酸铅( $\text{Pb}(\text{AC})_2$ )2mg,加水(较好的是蒸馏水或去离子水)至1升。浸镀PH值5、温度85℃、施镀时间10~60分钟。其它同实施例1,略。

#### 实施例3:

一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀液,每1升(L)化学镀液的组成和含量为:硫酸镍 $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 25g、高铼酸铵( $\text{NH}_4\text{ReO}_4$ )1.5g、柠檬酸钠( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )15g、乳酸( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$ )22g、次亚磷酸钠 $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ 22g、氟化钡( $\text{BaF}_2$ )16g、氟化钙( $\text{CaF}_2$ )16g、硝酸铅( $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ )5mg,加水(较好的是蒸馏水或去离子水)至1升。浸镀PH值7、温度95℃、施镀时间10~60分钟。其它同实施例1,略。

#### 实施例4—11:

一种制备高温自润滑复合镀层的化学镀液,每1升(L)化学镀液的

组成和含量为：

| 实施例编号<br>用量<br>组分 | 4     | 5    | 6    | 7    | 8    | 9    | 10   | 11   |
|-------------------|-------|------|------|------|------|------|------|------|
| 硫酸镍               | 15g   |      | 25g  |      | 33g  |      | 27g  | 36g  |
| 氯化镍               |       | 20g  |      | 30g  |      | 18g  |      |      |
| 高铈酸铵              | 2.2 g | 2.0g |      | 1.6g |      | 1.2g |      | 0.8g |
| 高铈酸钾              |       |      | 1.8g |      | 1.4g |      | 1.0g |      |
| 柠檬酸钠              | 10g   | 11g  | 13g  | 15g  | 16g  | 17g  | 18g  | 20 g |
| 乳酸                | 30 g  | 28g  | 27g  | 25g  | 23g  | 22g  | 21g  | 20g  |
| 次亚磷酸钠             | 15g   | 18g  | 21g  | 25g  | 29g  | 26g  | 28g  | 30 g |
| 氟化钡               | 5g    | 10g  | 18g  | 22g  | 20g  | 23g  | 15g  | 25 g |
| 氟化钙               | 25 g  | 23g  | 21g  | 19g  | 15g  | 10g  | 8g   | 5g   |
| 硝酸铅               | 2mg   |      | 4mg  |      | 6mg  |      | 8mg  | 10mg |
| 醋酸铅               |       | 3mg  |      | 5mg  |      | 7mg  |      |      |
| 加水至               | 1 升   | 1 升  | 1 升  | 1 升  | 1 升  | 1 升  | 1 升  | 1 升  |

其它同实施例 1，略。

本发明不限于上述实施例，本发明内容所述均可实施并具有所述良好效果。