

文章编号:1001-3849(2001)06-0005-03

(Ni-P)-纳米 Si_3N_4 微粒复合刷镀工艺研究

张玉峰

(武汉军械士官学校自行火炮系底盘教研室, 湖北 武汉 430064)

摘要:论述了(Ni-P)-纳米 Si_3N_4 微粒复合刷镀工艺、设备及(Ni-P)-纳米 Si_3N_4 微粒复合刷镀液的组成和配制方法;研究了纳米 Si_3N_4 微粒在刷镀液中的含量、刷镀工作电压和刷镀温度对(Ni-P)-纳米 Si_3N_4 微粒复合刷镀层的影响;研究了在不同的热处理温度下复合刷镀层的硬度和耐磨性。

关键词:复合刷镀; (Ni-P)- Si_3N_4 ; 纳米粒子

中图分类号: TQ153 **文献标识码:** A

Study on (Ni-P)-Nanometer Si_3N_4 Composite Brush Plating Technology

ZHANG Yu-feng

(Cannon Department, Wuhan Military of Ordnance and Officer, Wuhan, 430064, China)

Abstract: (Ni-P)-nanometer Si_3N_4 composite brush plating technology, and the equipments, the plating solution composition, the method of the solution's making up thereof are discussed. The effect of the nanometer Si_3N_4 particles content in the solution, the operating voltage, and the solution temperature on the obtained (Ni-P)-nanometer Si_3N_4 composite deposits is investigated. Also, the hardness and the wear resistance of the composite coatings that have been thermal treated in different temperature are studied.

Key words: composite brush plating; (Ni-P)-nanometer Si_3N_4 composite; nanometer particle

1 引言

目前应用较多的复合刷镀有 Ni-TiC、Ni-SiO₂、Ni-SiC、Ni-Al₂O₃、Ni-金刚石等。但在复合刷镀中采用的第二相粒子均是微米级的,由于颗粒大,在刷镀液中的悬浮能力差,第二相粒子不易沉积,影响了复合刷镀层的形成^[1]。用具有很好悬浮性能的纳米 Si_3N_4 微粒作为复合刷镀液的第二相粒子,通过搅拌

使其悬浮在镀液的各个部位,用电刷镀的方法,使 Ni-P 合金与纳米 Si_3N_4 微粒共沉积于基体表面,从而得到 (Ni-P)-纳米 Si_3N_4 复合镀层,具有悬浮性好,镀层沉积速度快,高硬度和高耐磨性的特点。

2 实验

2.1 实验设备

复合刷镀采用武汉军械士官学校研制的“便携

收稿日期: 2001-02-12

基金项目: 武汉军械士官学校科研基金项目(任务编号 XZ00X012)

作者简介: 张玉峰(1959-),男,河北乐亭人,武汉军械士官学校自行火炮系底盘教研室主任,高级讲师。

式逆变焊镀充电多用机”。刷镀笔阳极的型号为 CB40·40, 阳极配备的导电柄型号为 TDB-1(I); 复合刷镀层硬度采用 HX-200 型硬度机测定, 所得结果为三次测量的平均值; 耐磨性实验采用玄武 3 号高温实验机, 磨损销的材料为 40 Gr (Φ20mm) 低温回火处理, 表面粗糙度 Ra 0.3~0.5 μm ; 试件材料为 40 Gr (Φ45 mm × 20 mm), 表面粗糙度 Ra 0.4~0.6 μm 。

2.2 复合刷镀液的组成

(Ni-P)-纳米 Si_3N_4 微粒复合刷镀液的组成如下:

| | |
|---|---------|
| $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 234 g/L |
| $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 45 g/L |
| $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | 196 g/L |
| Si_3N_4 (纳米) | 6 g/L |
| 添加剂 | 适量 |
| pH 值 | 4.5 |

其中纳米 Si_3N_4 微粒的物理形态为: 直径 ≤ 50 nm, 球形, 均匀分散状态, 非晶结构。

2.3 工艺流程及参数

预处理→水洗→电净→水洗→活化→水洗→刷镀过渡层→水洗→刷镀工作层→水洗→镀后热处理。

工作参数为: 电净采用 TGY-2 电净液, 工件接负极, 电压 10~13 V; 活化采用 THY-1 活化液, 电压 8~12 V, 工件接正极, 时间 30~60 s; 用特殊镍刷镀过渡层 0.5~1 μm ; 复合刷镀工作层电流 13 A, 镀笔运动速度为 0.03~0.05 m/s。

热处理在箱式炉中进行, 无保护气氛, 保温 1 h, 热处理温度分别为: 200、300、400、500、600 $^{\circ}\text{C}$ 。

3 实验结果及分析

3.1 复合刷镀层的沉积速度

3.1.1 纳米 Si_3N_4 微粒含量对沉积速度的影响

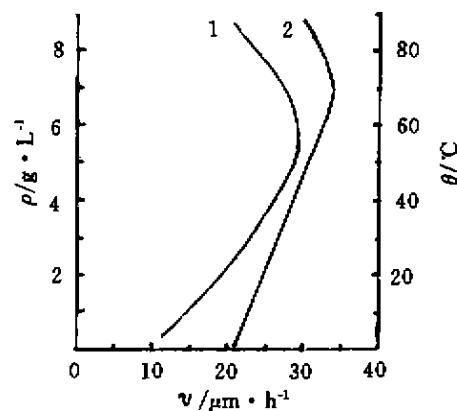
(Ni-P)-纳米 Si_3N_4 微粒复合刷镀液中纳米 Si_3N_4 微粒的质量浓度对沉积速度的影响如图 1 曲线 1。

由图 1 曲线 1 可以看出, 随着刷镀液中纳米 Si_3N_4 微粒质量浓度的增加, 镀层的沉积速度增加, 当刷镀液中纳米 Si_3N_4 微粒质量浓度达到 6 g/L 时, 沉积速度达到最大。继续增加刷镀液中纳米 Si_3N_4 微粒, 沉积速度反而下降。这是因为纳米 Si_3N_4

微粒加入后, 运动的纳米 Si_3N_4 微粒对基体表面有冲刷作用, 增加了基体表面的活性, 金属粒子的还原速度加快, 因而镀层的沉积速度增加。但当刷镀液中纳米 Si_3N_4 微粒含量过大时, 纳米 Si_3N_4 微粒占据基体表面的几率增大, 阴极电流效率降低, 因而镀层的沉积速度降低^[2]。因此, 刷镀液中纳米 Si_3N_4 微粒应控制在 6 g/L。

3.1.2 镀液温度对镀层沉积速度的影响

刷镀液温度与沉积速度的关系如图 1 曲线 2。随着刷镀液温度的升高, 镀层沉积速度增加, 当镀液温度到达 80 $^{\circ}\text{C}$ 时, 沉积速度达到最大值。继续升高刷镀液温度, 沉积速度反而下降。这是因为随着镀液温度的升高, 粒子运动速度加快, 从而加强了对基体表面的冲刷作用, 增加了基体表面的活性, 促进了金属粒子的快速还原, 因而镀层的沉积速度加快。但温度继续升高, 由于粒子运动速度继续加快, 粒子在被镀基体表面的停留时间减少, 不利于镀层的沉积。因此, 刷镀液的温度应控制在 80 $^{\circ}\text{C}$ 。



1——纳米 Si_3N_4 微粒的影响; 2---刷镀液温度的影响。

图 1 纳米 Si_3N_4 微粒质量浓度及刷镀液温度对沉积速度的影响

3.1.3 工作电压对镀层沉积速度的影响

刷镀工作电压与镀层沉积速度的关系如图 2。

由图 2 可以看出, 随着刷镀工作电压的增高, 镀层沉积速度迅速增加, 因为复合刷镀镀层的沉积, 主要是在机械力和电场作用力的作用下完成。工作电压增高, 粒子还原速度加快, 有利于镀层的沉积。但当工作电压过大时易使被镀基体“烧伤”, 镀笔与工件发热而影响镀层质量。经实验工作电压应控制在 13 V 左右。

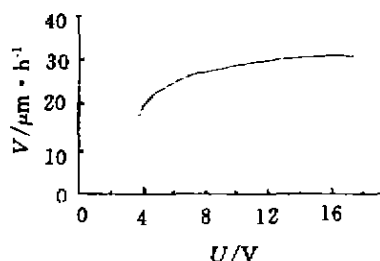


图2 刷镀工作电压与镀层沉积速度的关系

3.2 镀层硬度分析

镀后在一定的温度下热处理一定的时间, Ni-P合金析出第二相 Ni_3P 和 Si_3N_4 , Ni-P合金由非晶态转变为晶态, 由于第二相 Ni_3P 和 Si_3N_4 析出时母相保持共格关系, 第二相 Ni_3P 和 Si_3N_4 必然引起较大的点阵畸变, 阻碍位错的运动, 提高了镀层的硬度和耐磨性。

镀层不同热处理温度下的硬度如图3。由图3可以看出, 随着热处理温度的提高, 镀层的硬度升高, 在400℃时达到最大值, 随后硬度又随着热处理温度的增加而逐渐降低。这是因为Ni-P合金在290℃时析出第二相 Ni_3P , 随着温度的增高, Ni_3P 析出量增加, Ni_3P 析出产生沉淀硬化作用, 提高了镀层的硬度。当温度达到400℃时, Ni_3P 完全析出, 镀层硬度达到最大值。温度继续升高, Ni_3P 与Ni晶粒积聚长大, 镀层硬度下降。纳米 Si_3N_4 微粒的嵌入只是增加了晶格的畸变程度, 提高了镀层硬度, 并不影响基体金属的组织结构和变化规律^[4-6]。

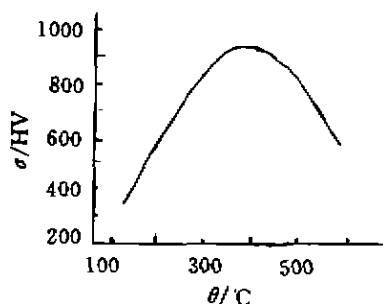


图3 刷镀层在不同热处理温度下的硬度

3.3 复合刷镀层的摩擦磨损性能

摩擦磨损实验采用点接触式, 载荷80 N、速度0.787 m/s, 大气环境、不同温度下的磨损率变化如图4。

图4中, 随温度的升高, 复合刷镀层的磨损率(k)略有增加, 这主要是当温度升高时, 刷镀层强度

略有降低, 产生轻微的微观脆性剥离。总体可以看出, 复合刷镀(Ni-P)-纳米 Si_3N_4 复合刷镀层中由于纳米 Si_3N_4 微粒的存在, 在高温环境下能抑制晶粒的长大, 提高了镀层的耐磨性。且能有效的抑制摩擦副之间的犁削效应, 减小了刷镀层的微观切削和微观脆性剥落^[3], 使(Ni-P)-纳米 Si_3N_4 微粒复合刷镀层具有很高的耐磨特性。

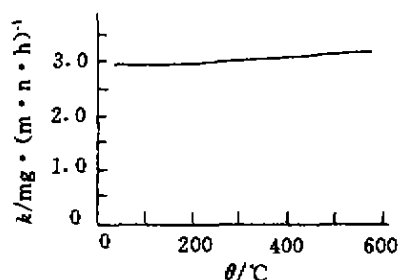


图4 复合刷镀层在不同温度下的磨损性能

4 结论

1) (Ni-P)-纳米 Si_3N_4 微粒复合刷镀工艺, 当 Si_3N_4 纳米粒子质量浓度为6 g/L、镀液温度为80℃, 刷镀工作电压为13 V时刷镀层沉积速度最快, 并具有较高的硬度。

2) 复合镀层的硬度与镀后热处理温度有很大的关系, 热处理温度升高, 镀层的硬度增加, 400℃时镀层硬度达到最大值。之后, 热处理温度升高, 镀层硬度反而下降。

3) 复合刷镀层由于纳米 Si_3N_4 微粒的存在, 在高温环境下能抑制晶粒的长大, 且能有效的抑制摩擦副之间的犁削效应, 减小了刷镀层的微观切削和微观脆性剥落, 使其具有很高的耐磨性能。

参考文献:

- [1] 张会臣. Ni-P- Si_3N_4 复合镀层中P含量对摩擦性能的影响[J]. 机械工程材料, 1999, 23(2): 38-40.
- [2] 曹茂盛. 超微颗粒制备科学与技术[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 1996. 1-36.
- [3] 马向东. 几种无机非金属材料纳米力学性能的研究[J]. 机械工程材料, 1999, 23(6): 20-22.
- [4] 李宁, 袁国伟, 黎德育. 化学镀镍基合金理论与技术[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2000. 62-84.
- [5] 张玉峰. 复合刷镀纳米Ni-ZrO₂高温耐磨性的研究[J]. 电镀与涂饰, 2000, 19(4): 18-22.