

# Ni—P 和 Ni—P—SiC 化学镀层的结构和性能

张清霄

张卫红

曹佰顺

(郑州工业大学机械系)(郑州工业大学材料系)(郑州市计划委员会, 450000)

**摘 要** 首先研究了热处理温度对 Ni—P, Ni—P—SiC 化学镀层结构和硬度的影响, 然后系统研究了 SiC 颗粒粒度及浓度对 Ni—P—SiC 镀层显微硬度的影响。用 XRD 测定了镀层结构, 用金相显微镜观察了镀层组织。结果表明, 加入 SiC 能增加 Ni—P 镀层的显微硬度。两种镀层经 400℃ 热处理后显微硬度均达到最大值。400℃ 热处理后, Ni—P—SiC 镀层硬度随 SiC 浓度增加而单调增加, 随 SiC 粒径的变化有一最大值。

**关键词** 化学镀层; Ni—P; Ni—P—SiC; 结构; 性能

**中图分类号** TG115

化学镀是利用化学还原剂使金属离子在具有催化活性的镀件上形成金属或合金镀层的方法。在 Ni—P 化学镀液中添加 SiC 颗粒, 通过搅拌使之充分悬浮, 则可得到 Ni—P—SiC 复合镀层。Ni—P—SiC 复合镀层具有优异的耐磨性能<sup>[1]</sup>, 将该镀层应用于冲压模具和塑料模具上可使其寿命提高 10~100 倍<sup>[2,3]</sup>。已有的工作<sup>[1]</sup>研究了 SiC 粒径小于 3μm 和大于 10μm 时对镀层耐磨性的影响。而对于粒径处于 3μm 和 10μm 间时则缺乏研究。此外也有必要对镀液中 SiC 浓度对 Ni—P—SiC 镀层性能的影响进行系统研究。为此, 本文将首先研究热处理温度对 Ni—P 及 Ni—P—SiC 镀层硬度的影响, 然后系统研究 SiC 粒径和浓度对 Ni—P—SiC 复合镀层硬度的影响。

## 1 实验方法

### 1.1 试样制备

本试验选用 A3 钢为基体材料, 制成 20mm×20mm 的片状试样。

### 1.2 施镀工艺

#### 1.2.1 镀前处理

##### (1) 除油

除油试液化学组成为:

NaOH: 20~30g/L; Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>: 20~25g/L; Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>: 35~40g/L; 水玻璃: 4~6g/L。

试样加热到 80℃ 以上, 将试样放入, 浸 30~40min, 然后取出热水(60~80℃)清洗 0.5~1min, 之后用冷水清洗 0.5~1min。

##### (2) 酸洗

酸洗的目的是去除试样表面的氧化膜, 使试样表面活化。采用 1:1 的盐酸, 将试样浸入 1~3min, 待表面发白没有黑斑为止。酸洗后在蒸馏水中冲洗, 然后立即放入镀液中施镀。

收稿日期: 1998—03—03

第一作者 女 1957 年 7 月生 学士学位 讲师

### 1.2.2 工艺配方

$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ : 30g/L;  $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ : 20g/L; 乳酸: 25g/L; 丙酸: 5g/L; 铅: 1~4mg/L; pH 值: 4.4~4.8; 温度: 90~92℃; SiC 微粒浓度: 0.25%~2% (重量) (镀 Ni-P-SiC 用)

### 1.2.3 镀后中和

在  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (30~50g/L) 溶液 25℃ 中浸 1min 后, 热水 70℃ 浸 1min, 再用冷水冲洗, 最后酒精中和, 吹干即完成整个过程。

## 1.3 热处理

在坩埚电阻炉中不同温度保温 1 h, 然后空冷。

1.3.1 将第 1 对比组 Ni-P 和 Ni-P-SiC 镀层分别在 200℃、300℃、400℃、500℃ 进行热处理。

1.3.2 将第 2 组 (粒径相同, 浓度不同) 在 400℃ 热处理。

1.3.3 将第 3 组 (浓度相同, 粒径不同) 在 400℃ 热处理。

## 1.4 显微硬度测试

显微硬度测试在 MHT 型显微硬度计上完成。

## 1.5 X 射线衍射分析

X 射线衍射分析 (XRD) 在 Philips PW1700 上完成,  $\text{CuK}\alpha$  射线, 电压 40kV, 电流 40mA。连续扫描。

## 1.6 金相实验

镀层金相显微镜观察在日产 OLYMPUS BH2-UMA 上完成。

# 2 实验结果及讨论

## 2.1 热处理温度对镀层显微硬度的影响

图 1 的结果表明, Ni-P 镀层及 Ni-P-SiC 复合镀层均是随热处理温度的增高显微硬度逐渐增高, 并在 400℃ 达到最大值, 且复合镀层 Ni-P-SiC 比普通 Ni-P 镀层的显微硬度更高。X 射线衍射分析表明, 镀层在室温下均是完全非晶, 随着加热温度的提高不断发生晶化, 并析出  $\text{Ni}_3\text{P}$  和 Ni 晶体相, 当加热温度达到 400℃ 时,  $\text{Ni}_3\text{P}$  重量百分数与金属 Ni 重量百分数的比值达到最大, 超过 400℃ 后温度进一步提高, 这个比值反而降低。因此镀层显微硬度随加热温度的增高与镀层中  $\text{Ni}_3\text{P}$  晶间化合物含量的增加有关。由于该晶间化合物具有很高的硬度, 且在镀层晶化过程中弥散析出, 增加了镀层塑性变形的阻力, 因而使镀层强度和硬度提高。复合镀层中由于进一步弥散分布着 SiC 微颗粒, 因此显微硬度较 Ni-P 镀层有更进一步的提高。

## 2.2 SiC 浓度和粒径对复合镀层显微硬度的影响

在原始非晶状态下, 由于复合镀层中 Ni-P 非晶基体较软, 对 SiC 颗粒的支撑能力弱, 因此表现为显微硬度随 SiC 浓度的变化较小, 热处理后, 原有的 Ni-P 非晶基体发生了晶化并析出了硬质  $\text{Ni}_3\text{P}$  相, 基体硬度和强度均明显增加, 对 SiC 的支撑能力也显著加强, 因此总体上复合镀层硬度增加, 且随着 SiC 浓度的增加, SiC 对镀层显微硬度的贡献加大 (图 2)。

根据实验结果发现, 当 SiC 粒径较小时, 微小的 SiC 颗粒易在表面能的作用下粘结在一起, 反映在镀层中是分布不均匀。随着颗粒尺寸的加大, SiC 在镀层中分布状况得到改善。很明显, 当 SiC 微颗粒在镀层中分布不均匀时, 其显微硬度必然不高, 随着 SiC 尺寸的加大

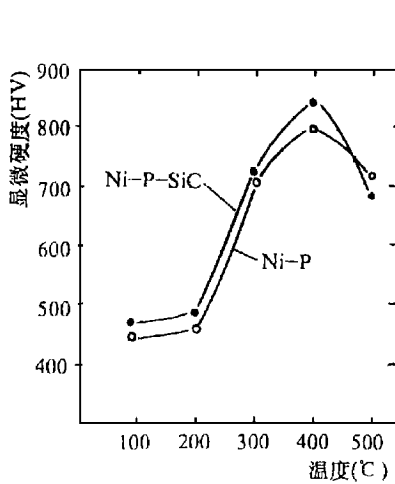


图 1 化学镀层显微硬度随热处理温度的变化

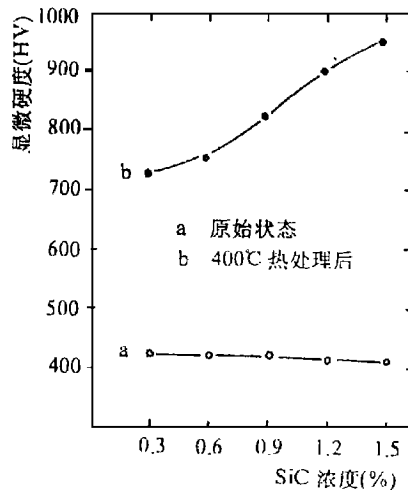


图 2 Ni-P-SiC 复合镀层显微硬度随 SiC 浓度的变化

和分布状况的改善,其显微硬度将随之增加。但是如果颗粒尺寸太大(超过  $7.0\mu\text{m}$ ),SiC 的弥散强化作用将大为减弱,反而将导致显微硬度下降(图 3)。

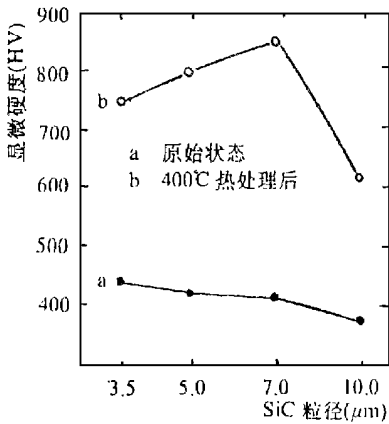


图 3 Ni-P-SiC 复合镀层显微硬度随 SiC 粒径的变化

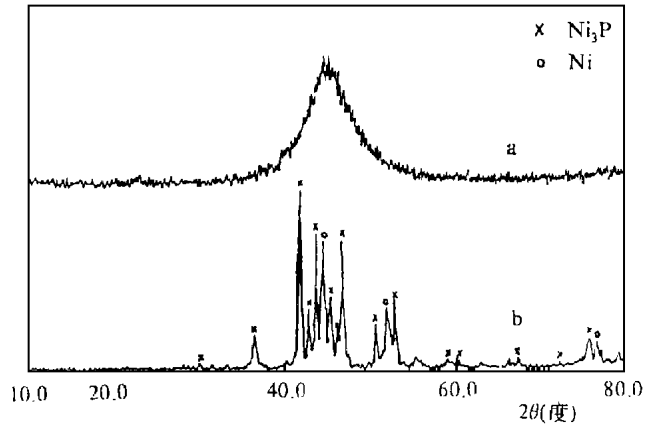


图 4 Ni-P 原始镀层(a)和 400℃热处理后(b)镀层的 XRD 图谱

### 2.3 X 射线衍射分析

图 4 是 Ni-P 原始镀层及 400℃热处理后镀层的 XRD 图谱。可以看出,原始镀层为完全的非晶状态,400℃热处理后,镀层已完全晶化,其相组成为  $\text{Ni}_3\text{P}$ (约占 58.1%)和 Ni(约占 41.9%), $\text{Ni}_3\text{P}$  相的产生是图 1 中热处理后镀层显微硬度增加的主要原因。

图 5 是 Ni-P-SiC 原始镀层及 400℃热处理后镀层的 XRD 图谱。由图可知,原始镀层为 Ni-P 非晶基体上叠加少部分 SiC。400℃热处理后,Ni-P 非晶基体已完全晶化,其镀层相组成为  $\text{Ni}_3\text{P}$ (约占 46%),Ni(约占 50.7%)和 SiC(约占 3.3%)。

### 2.4 金相显微镜分析

对 Ni-P-SiC 复合镀层的原始组织进行了观察,表明:在相同 SiC 粒径( $3.5\mu\text{m}$ )条件下,随着镀液中 SiC 浓度由 0.3%增加到 0.8%,镀层中 SiC 颗粒的分布也更加均匀。这无

疑对镀层耐磨性的提高是有益的。

3 结论

(1)Ni-P 化学镀层中加入 SiC 能增加镀层的显微硬度。Ni-P 和 Ni-P-SiC 镀层经 400℃热处理后显微硬度达到最大值。此时相组成主要为 Ni<sub>3</sub>P 和金属 Ni。

(2)SiC 的浓度和粒径对原始 Ni-P-SiC 复合镀层的显微硬度影响不大,但经 400℃热处理后,镀层硬度随 SiC 浓度增加而单调增加,随 SiC 粒径的变化,显微硬度在粒径为 7.0μm 时有一最大值。

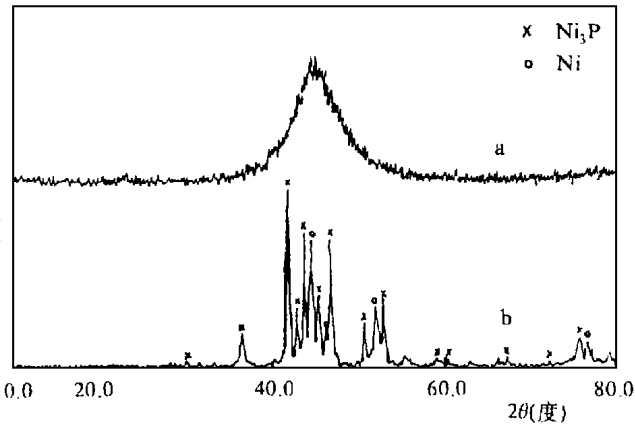


图 5  Ni-P-SiC 原始镀层(a)和 400℃热处理后(b)镀层的 XRD 图谱

参考文献

1  郭鹤桐,张三元.复合镀层.天津:天津大学出版社,1991.89~96  
2  F·N·Hubble·Plating and Surface Finish·1978,65(12);58~62  
3  W·Metzger,T·Florian,Trans·Inst·Metal Finish·1976,54(4);174~178

The Structure and Properties of Ni-P and Ni-P-SiC Electroless Deposits

Zhang Qingxiao  Zhang Weihong  
(Zhengzhou University of Technology)  
Cao Baishun

(The Planned Committee of Zhengzhou City)

**Abstract**  The effect of heat treatment temperatures on the structure and hardness of both Ni-P and Ni-P-SiC electroless deposits has been investigated. Then, the effect of both the particle size and its concentration on the hardness of Ni-P-SiC compound deposit was systematically studied. The structure of deposits before and after heat treatment was studied by X-ray diffractometer. The microstructure and SiC distribution of the electroless Ni-P-SiC deposits were observed by optical microscope. The results show that the hardness of the compound electroless Ni-P-SiC deposit is higher than the electroless Ni-P deposit. After heat treatment at 400℃, the hardness of two deposits both increased to their maximum values. For Ni-P-SiC deposit treated at 400℃, its hardness increased monotonically with the increasing of SiC concentration, and reached a maximum value when the SiC size was about 7.0 μm.

**Keywords**  electroless deposit; Ni-P; Ni-P-SiC; structure; property