

doi: 10.3969/j.issn.1001-3849.2019.08.001

## 温度对Ni-P/PTFE复合镀层性能的影响

沈岳军\*, 罗华江, 王少营, 刘京飞

(贵州航天电器股份有限公司, 贵州 贵阳 550009)

**摘要:** 在不锈钢基体上采用化学沉积法制备了Ni-P/PTFE复合镀层,以孔隙率、磷含量、沉积速率、硬度以及耐蚀性等为评价指标,研究了温度对Ni-P/PTFE复合镀层性能的影响。结果表明,温度为85℃时,复合镀层综合性能达到最佳。

**关键词:** 温度;Ni-P/PTFE;复合镀层;性能

**中图分类号:** TG153.2

**文献标识码:** A

## Effect of Temperature on the Properties of Ni-P/PTFE Composite Coating

SHEN Yuejun\*, LUO Huajiang, WANG Shaoying, LIU Jingfei

(Guizhou Space Appliance Stock Co Ltd, Guiyang 550009, China)

**Abstract:** Ni-P/PTFE composite coating was prepared by chemical deposition method on the substrate of stainless steel. The effects of temperature on the properties of Ni-P/PTFE composite coating were studied by the evaluation indexes of poriness, phosphorus content, deposition rate, hardness and corrosion resistance. The results showed that the comprehensive performance of the coating achieved to be the best when the temperature was 85℃.

**Keywords:** temperature; Ni-P/PTFE; composite coating; performance

表面处理技术不仅广泛应用于重要零件的防腐蚀和装饰上,在重要零件的修复上也得到了广泛应用,如用于汽车的汽缸、轴类件、泵类、飞轮机叶片、火箭推进器管道、飞机压缩机叶片和棍的修复等<sup>[1]</sup>。化学镀镍是一种重要的表面处理技术,在西方发达国家已被广泛应用于航空、航天、船舶等工业领域中。我国在化学镀镍应用方面也取得了一些成绩<sup>[2-3]</sup>,但是与发达国家相比还有很大差距。复合化学镀镍是在原化学镀镍液的基础上加入不溶性固体粒子,沉积过程中可以嵌入到镍镀层中,获得具有较强的耐蚀性、耐磨性等优点的复合镀层。

化学复合镀镍、化学镀镍基多元合金、激光增强化学镀镍、粉末化学镀镍、Ni-P层的着色<sup>[4]</sup>等新工艺逐渐发展起来,如Ni-P/SiC<sup>[5]</sup>、Ni-P/PTFE<sup>[6]</sup>等。从众多文献和资料显示,Ni-P/PTFE化学复合镀层比单一的镀镍层有更佳的耐磨性及自润滑性能。在复合化学镀中影响复合镀层综合性能的因素很多,例如施镀工艺(如温度、pH)和镀液成分(镍磷比、络合剂、稳定剂和光亮剂等)。但在化学镀领域,温度这一因素一直是施镀工艺中研究的热点,温度不仅影响镀层沉积速率,还会影响镀层的磷含量,进而影响镀层的综合性能,所以在实验中合理控制复合

收稿日期: 2019-01-09

修回日期: 2019-03-22

通信作者: 沈岳军, email: 18798054839@163.com

镀过程的温度对于保证镀层质量是至关重要的<sup>[7]</sup>。

本文主要以Ni-P/PTFE复合镀层沉积速率、磷含量、镀层硬度、孔隙率和摩擦因数等为评价指标,探究了温度对复合镀层综合性能的影响,为后期实际生产提供相关经验值。

## 1 实验

### 1.1 工艺流程

化学镀基体为50 mm×50 mm×2 mm的45#钢。

化学镀工艺流程为:除油→热水洗→冷水洗→打磨→水洗→称重→去离子水洗→活化(1:1盐酸)→去离子水洗→施镀→去离子水洗→烘干→称重。

### 1.2 化学复合镀Ni-P/PTFE的基础配方和工艺

Ni-P/PTFE化学镀配方及工艺参数如表1所示。

表1 化学复合镀Ni-P/PTFE基础配方及工艺

溶液配方	
成分	含量/(g·L <sup>-1</sup> )
NiSO <sub>4</sub> ·6H <sub>2</sub> O	25
NaH <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O	30
CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OONa·3H <sub>2</sub> O	20
柠檬酸	20
硫脲TU	0.002
表面活性剂A	0.018
PTFE	2
工艺条件	
时间/h	1
温度/℃	75,80,85,88,90
pH	4.6

### 1.3 性能检测

#### 1.3.1 孔隙率

根据GB/T5935-1986《轻工产品金属镀层的孔隙率测试方法》,采用贴滤纸法,检测液组成为:K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] 10 g/L、NaCl 20 g/L。

#### 1.3.2 磷含量<sup>[8]</sup>

采用磷钼钒黄分光光度法测定镀层中的磷含量:用浓硝酸对施镀试样进行退镀,退镀完全后取出镀片洗净、称重,将退镀液加热至沸腾后缓慢滴加1%的KMnO<sub>4</sub>溶液氧化退镀液中的磷至黄烟消失,然后滴加2% NaNO<sub>2</sub>溶液来还原多余的氧化剂

KMnO<sub>4</sub>,使镀液中的磷完全转化为正磷酸盐,最后将镀液转移至250 mL容量瓶中定容、摇匀,得到试液。移取2 mL试液至100 mL容量瓶中,加入20 g/L的钼酸铵和1 g/L钒酸铵试剂25 mL,定容至100 mL,显色反应5 min,在420 nm下测定吸光度。根据式(1)计算镀层磷含量。

$$w(P)=\frac{250m_p}{Vm}\times 100\% \quad (1)$$

式中: $m_p$ 为从工作曲线上读出的磷质量,mg; $V$ 为从250 mL试液中移取的试液体积,mL; $m$ 为镀层质量,g。

#### 1.3.3 沉积速率

用奥豪斯(上海)有限公司的CP153电子天平称量施镀前后镀片的质量,按式(2)计算沉积速率 $v$ (单位:μm/h)。

$$v=\frac{m_1-m_0}{\rho At}\times 10^4 \quad (2)$$

式中: $m_0$ 、 $m_1$ 分别为施镀前、后镀片的质量,g; $\rho$ 为镀层密度,低磷(0.5%~5%)化学镀镍层取8.5 g/cm<sup>3</sup>,中磷(5%~8%)化学镀镍层取8.1 g/cm<sup>3</sup>,高磷(8%~12%)化学镀镍层取7.85 g/cm<sup>3</sup>;A为基材的表面积,cm<sup>2</sup>;t为施镀时间,h。

#### 1.3.4 其它表征测试

采用ZEISS SUPRA 40扫描电子显微镜观察复合镀层微观形貌。

采用F/YW-90A盐雾实验机进行中性盐雾实验,采用连续喷雾方式,喷雾速率1~2 mL/h、pH 7.0、腐蚀介质为5% NaCl溶液、实验温度35℃,压力桶温度47℃,放置镀片角度20°,记录开始出现腐蚀物(红色锈点)的时间。

采用HV-1000型显微硬度计测镀层的显微硬度,试验力9.8 N,保荷时间10 s,在镀片的四个角以及中部各选取一点,取平均值。

采用HSR-2M型往复磨损试验机测试镀层摩擦系数,载荷35 N、往复频率5 Hz、摩擦长度10 mm,摩擦副为直径3 mm的轴承钢球。

## 2 结果与讨论

### 2.1 温度对镀层磷含量和沉积速率的影响

图1是温度对化学镀Ni-P/PTFE复合镀层磷含量和沉积速率的影响。由图1可知,温度较低时,金属离子的活动能力低、还原能力弱,随着施镀温

度的升高,沉积速率呈上升的趋势,到90℃时沉积速率达到最高,这是因为温度越高,分子碰撞几率增加,导致镍-磷合金共沉积速率增大<sup>[9-10]</sup>。镀层磷含量随着温度的增加先升后降,当温度为88℃时,磷含量达到最高为8.05%,温度大于88℃,磷含量开始迅速下降。

## 2.2 温度对镀层孔隙率和耐蚀性的影响

图2是温度对化学镀Ni-P/PTFE复合镀层孔隙率和耐蚀性的影响。由图2可知,随着温度的增加,孔隙率先上升后下降再上升,温度大于85℃时,孔隙率急剧上升。这是因为当温度逐渐升高时

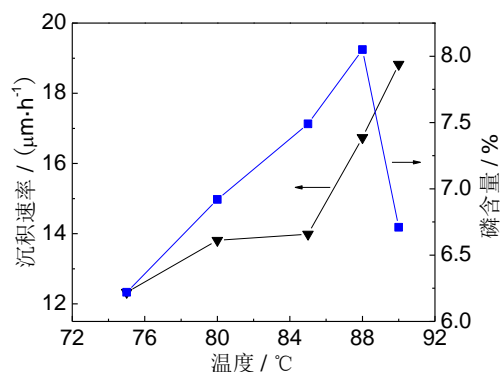


图1 温度对化学镀Ni-P/PTFE复合镀层磷含量和沉积速率的影响

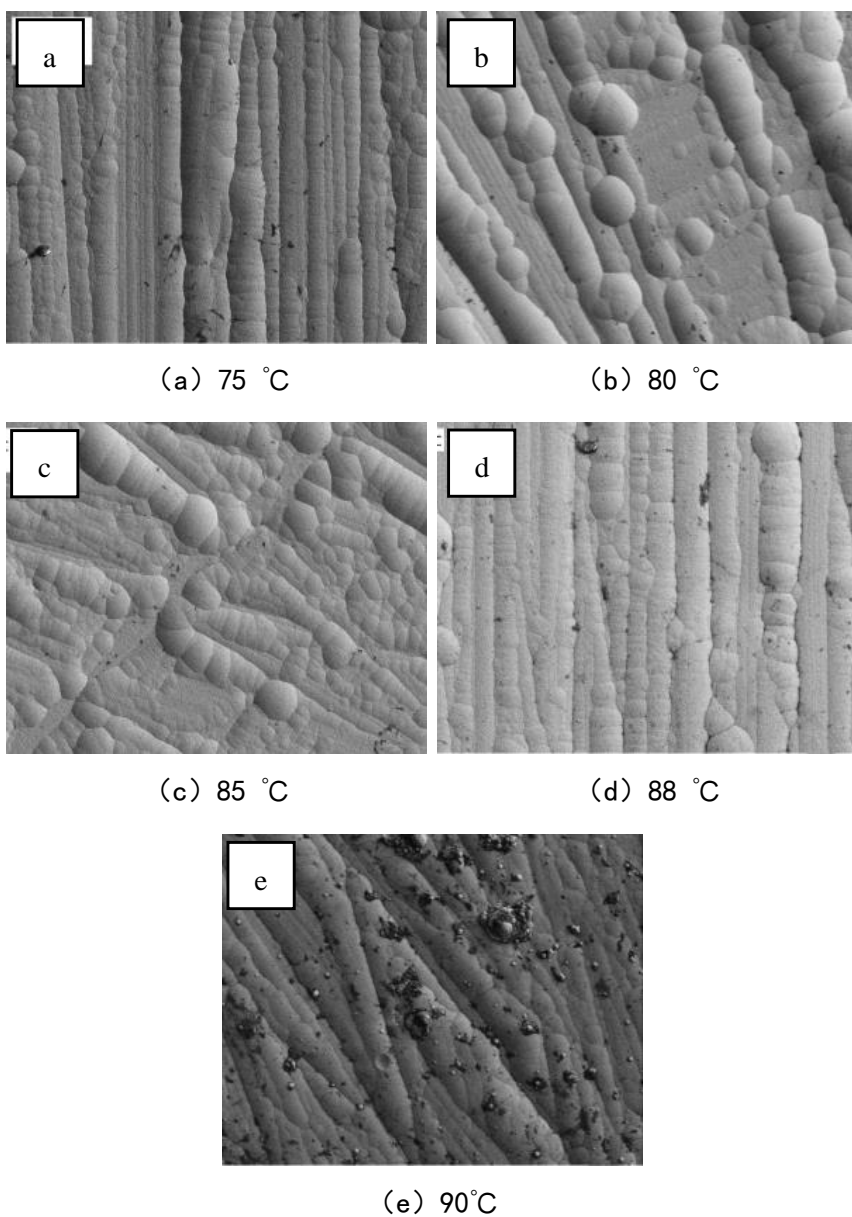


图4 温度对复合镀层形貌的影响

沉积速率加快,晶粒粗糙导致镀层孔隙增加,在温度为85℃,孔隙率最低为0.6个/cm<sup>2</sup>。根据图2结果可知,镀层耐盐雾时间与孔隙率呈负相关关系,温度为85℃时,耐盐雾时间最高为25 h。

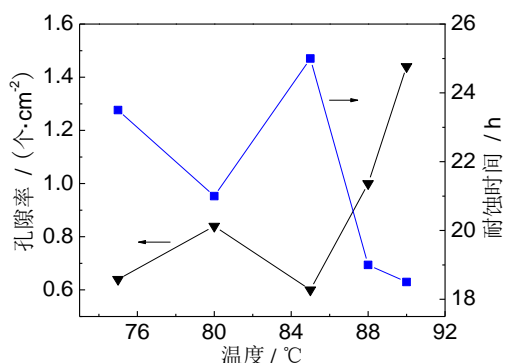


图2 温度对化学镀Ni-P/PTFE复合镀层孔隙率和耐蚀性的影响

### 2.3 温度对镀层硬度的影响

图3是温度对化学镀Ni-P/PTFE复合镀层硬度的影响。由图3可知,随着温度的升高,镀层硬度

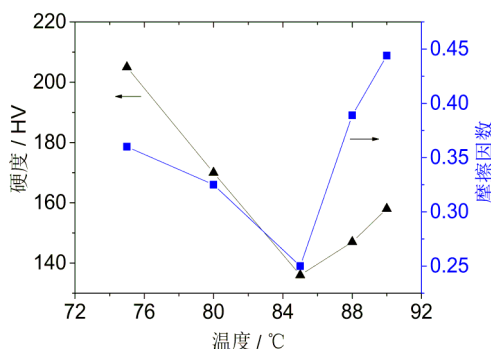


图3 温度对化学镀Ni-P/PTFE复合镀层硬度的影响

呈先下降后上升的趋势,在温度为85℃时,硬度达到最下值为134.6 HV,这是由于温度越高,镍磷共沉积速率越大,纳米聚四氟乙烯粒子被包裹在镀层的越多。摩擦因数则随温度升高呈先减小后增大的变化趋势,当温度为88℃时Ni-P-PTFE复合镀层的摩擦因数最小,即耐磨性最佳,当温度高于85℃时,摩擦因数逐渐增大,这是因为镀层表面与磨损试验机球面接触时,由于镀层硬度较低,镀层表面易被磨损,从镀层表面被挤出不同大小的聚四氟乙烯粒子,所以不能均匀的分布在接触面,导致

镀层磨损性能下降。

### 2.4 温度对复合镀层形貌的影响

图4是温度复合镀层形貌的影响。由图4可知,温度对镀层的影响较大,在温度为75℃、80℃时,镀层表面不平整,有少量的空隙;在温度为85℃时,镀层形貌平整,晶粒紧密、细腻;温度大于85℃时,镀层有较为明显的裂缝和出现结焦现象,说明在该温度下镀层结合力较差。

## 3 结论

(1)综合考虑复合镀层中的磷含量、孔隙率、耐磨性和沉积速率,沉积温度为85℃时,复合镀层综合性能最优;

(2)沉积温度为85℃时,镀层的磷含量、孔隙率、硬度、沉积速率的值分别为:8.05%、0.6个/cm<sup>2</sup>、134.6 HV、13.99 μm/h。

### 参考文献

- [1] 张贤. Ni-P-WC化学复合镀层的制备及性能研究[D]. 河北科技大学, 2015.
- [2] 张放, 戴建东. 化学镀的应用及修复[C]. 黑龙江省机械工程师学会年会论文集. 黑龙江, 2002:185-187.
- [3] 王玲. 化学镀镍液中次磷酸钠含量的电位滴定法测定-现场快速分析[J]. 广东化工, 2003, 5:38-39+47.
- [4] 赵善芬, 张振邦. 低温化学镀镍中络合剂作用研究[J]. 表面技术, 1996, 25(5):24-25, 28.
- [5] Kalantary M R, Holbrook K A, Wells P B. Optimization of a bath for electroless plating and its use for the production of nickel-phosphorus-silicon carbide coating [J]. Transactions of Institute of Metal Finishing, 1993, 71 (2):55-61.
- [6] Nishira M, Takano O. Friction and wear characteristics of electroless Ni-P-PTFE composite coating[J]. Plating and Surface finishing, 1994, 81(1):48-50.
- [7] 王勇. 中温高磷化学镀镍工艺的研究[D]. 华南理工大学, 2011.
- [8] 刘定富, 崔东, 魏世洋. 化学镀镍-磷合金镀层中磷的测定[J]. 电镀与精饰, 2012, 34(1):39-41.
- [9] 余祖孝, 颜杰, 金永中, 等. 化学镀Ni-Co-P合金工艺对其镀层性能的影响[J]. 腐蚀与防护, 2007, 2: 73-76.
- [10] 夏承钰. 酸性化学镀镍沉积速度的研究[J]. 材料保护, 1996, 1:4-7.