



柔性受压对钨丝-镍复合电铸层微观结构和抗拉强度的影响

钱王欢, 缪小梅, 秦 丰

(无锡职业技术学院 机械技术学院, 无锡 214121)

摘 要: 在钨丝增强镍的电铸制造过程中, 利用柔性压紧轮补充电沉积区域的电铸液, 并摩擦与挤压复合电铸层, 以提高钨丝-镍复合电铸层的抗拉强度。研究柔性受压条件对复合电铸层表面形貌、断口形貌和抗拉强度的影响。结果表明: 柔性压紧轮对复合电铸层的摩擦与挤压作用显著减少表面孔隙并细化晶粒; 其输送电铸液的作用能够防止复合电铸层内部出现空洞; 柔性受压条件对复合电铸层抗拉强度的提升效果随着钨丝体积分数的增加而越发显著, 当钨丝体积分数为 50% 时, 抗拉强度提升 18%, 达到 1558 MPa。

关键词: 柔性受压; 电铸; 抗拉强度; 钨丝; 镍

文章编号: 1004-0609(2017)-04-0776-05

中图分类号: TG662

文献标志码: A

作为一种精密特种加工方法, 电铸技术利用金属离子在阴极表面电沉积的原理进行零件的制造, 广泛应用于航空航天、精密模具以及兵器工业等高新技术领域^[1-3]。抗拉强度是电铸层重要性能指标, 如何获得高强度的电铸层是目前电铸技术的研究热点之一。国内外学者提出了多种手段以提升电铸层的抗拉强度, 包括细化晶粒^[4-5]、磨擦辅助^[6]、合金增强^[7-8]、颗粒增强^[9-11]、连续纤维增强^[12-14]等。其中, 连续纤维增强技术对电铸层抗拉强度的提升作用非常显著。从理论上来说, 如果在电铸层受载方向上加入大量高强度、高模量的连续纤维, 那么在电铸层受到拉伸时, 这些高强度纤维能够比金属承受高得多的载荷, 进而提升整个电铸层的强度^[15]。

欧洲宇航防务集团(EADS)的 SUCHENTRUNK^[12]将高强度的硼纤维、碳化硅纤维与金属铜、铝等进行复合电铸, 获得的硼纤维-铜、碳化硅纤维-铝复合电铸层的抗拉强度分别达到 1040 MPa 与 970 MPa。为了进一步提升连续纤维增强复合电铸层的强度, 研究者们大多采用加入更高强度增强纤维或提高增强纤维体积分数等方法, 取得了一定的效果, 但也遇到了不少的问题, 譬如高体积分数下复合电铸层内部会出现严重空洞, 以及纤维与电铸金属的结合性能不够理想等问题^[13-14]。这些问题严重制约了复合电铸层强度的进一步提升。

为此, 本文作者提出在柔性受压条件下进行连续纤维增强电铸的技术, 并以钨丝增强镍为例, 研究了柔性受压条件对钨丝-镍复合电铸层表面形貌、断口形貌等微观结构以及抗拉强度的影响。

1 实验

1.1 试验原理及装置

柔性受压电铸制造技术的原理如图 1 所示。在连续纤维增强金属的电铸制造过程中, 密集缠绕于阴极表面的纤维会对溶液与离子的自然扩散产生一定的阻碍作用, 导致复合电铸层出现缺陷。为此, 在电铸过程中增加一柔性压紧轮紧贴于阴极芯模。该柔性压紧轮内芯为不锈钢, 外层用海绵包裹, 海绵的储水作用可以不断给密集缠绕在阴极表面的纤维簇内部输送新鲜电铸液, 保证电沉积的顺利进行, 防止内部出现空洞; 此外, 柔性压紧轮对复合电铸层的摩擦和挤压作用不仅能改善电沉积的结晶过程, 还能促进副反应生成氢气的排出。

试验装置如图 2 所示。采用溶液外循环加热的方式保证电铸温度的恒定。钨丝在柔性压紧轮的作用下紧贴于阴极芯模表面, 电动机旋转带动钨丝不断缠绕在阴极芯模上, 同时控制器带动钨丝在水平方向上做

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51505192); 江苏高等学校优秀科技创新团队项目; 江苏省高校“青蓝工程”优秀青年骨干教师培养项目

收稿日期: 2016-02-24; 修订日期: 2016-06-30

通信作者: 钱王欢, 讲师, 博士; 电话: 0510-81838721; E-mail: qianwanghuan@163.com

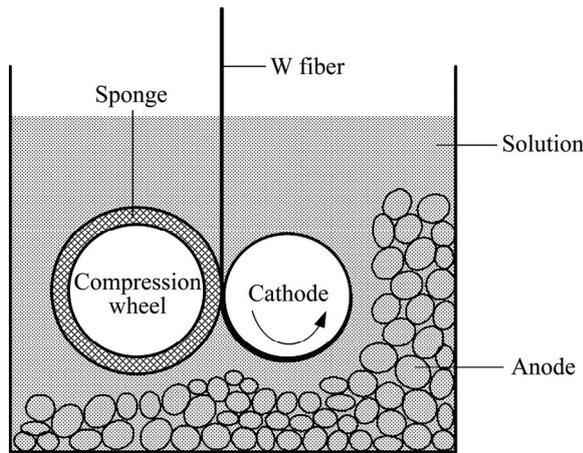


图 1 实验原理示意图

Fig. 1 Schematic diagram of experimental principle

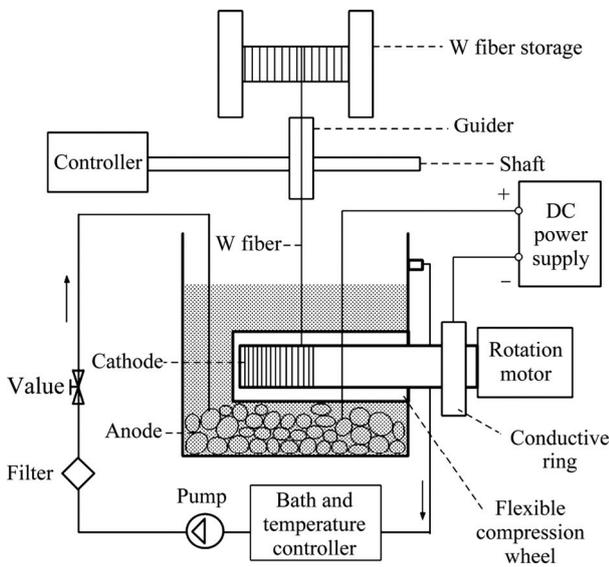


图 2 实验装置示意图

Fig. 2 Schematic diagram of experimental apparatus

微小移动。由于金属的沉积速度一定, 因此通过调节电机的旋转速度和水平轴的移动速度就可以控制加入钨丝的体积分数。

1.2 试验过程

选用的钨丝直径为 20 μm , 抗拉强度为 3250 MPa。鉴于电铸镍技术成熟、应用广泛, 因此选择镍作为电铸金属。溶液选择常规的氨基磺酸镍电铸液, 其组成如表 1 所列, 为了减少影响因素, 所用试剂均为分析纯并使用去离子水配制, 保持溶液 pH 值为 4.5, 温度为 43 $^{\circ}\text{C}$ 。

试验分别在柔性受压和非柔性受压两种条件下进行。阳极采用 INCO 公司生产的高纯度镍珠, 并用漆

表 1 电铸液配方

Table 1 Composition of solution (g/L)

Nickel sulfamate	Boric acid	Nickel chloride	Sodium dodecyl sulfate
500	30	15	0.05

纶布包裹, 防止阳极泥渗出。阴极为不锈钢圆棒, 经过测算, 沉积面积为 0.5 dm^2 。

阴极芯模依次经过除油、抛光、弱浸蚀等处理后放入电铸槽。在电流密度为 2 A/dm^2 的条件下, 通过电量控制法制备出不同体积分数且厚度均为 300 μm 的钨丝-镍复合电铸层。

在车床上将表面整平并去除表层多余的镍, 然后使用线切割慢走丝机将复合电铸层切割成 9 mm 宽的环状试件, 最后用金相砂纸对线切割刃边进行打磨和抛光。

抗拉强度在一台 INSTRON 2369 型万能材料拉伸试验机上进行测试; 试样的表面形貌、断口形貌等使用 HITACHI 3400N 型扫描电镜进行观察。

2 结果与分析

2.1 表面形貌

图 3 所示为两种条件下获得的钨丝-镍复合电铸层表面 SEM 像。从图 3 中可以发现: 未使用柔性压紧轮获得的电铸层晶粒尺寸明显大于 5 μm ; 而在柔性受压条件下获得的电铸层表面较为平整, 晶粒尺寸仅为 2 μm 左右。这是因为在柔性受压电铸过程中, 柔性压紧轮不断对阴极进行摩擦和挤压, 使得阴极表面的活化点以及位错数目增多, 因此更加容易得到细而多晶的沉积层^[16]。而根据 Hall-Petch 关系, 晶粒的细化可以显著提高普通多晶金属材料的强度^[17]。

仔细对比图 3(a)和(b)还可以发现, 柔性压紧轮的应用可以显著降低复合电铸层表面孔隙。在电铸过程中, 当镍离子被还原的同时, 氢离子也在阴极表面还原成氢原子, 当达到一定量时, 就形成了氢气泡。由于阴极表面缠绕有钨丝, 氢气泡进入溶液的通道被阻碍, 只得吸附在钨丝与阴极表面, 导致这些地方的镍沉积被阻碍, 形成如图 3(a)所示的孔隙。而在柔性受压条件下, 柔性压紧轮不断摩擦和挤压阴极表面, 将吸附于阴极和钨丝表面的氢气泡有效地剥离下来, 从而避免复合电铸层表面形成孔隙。

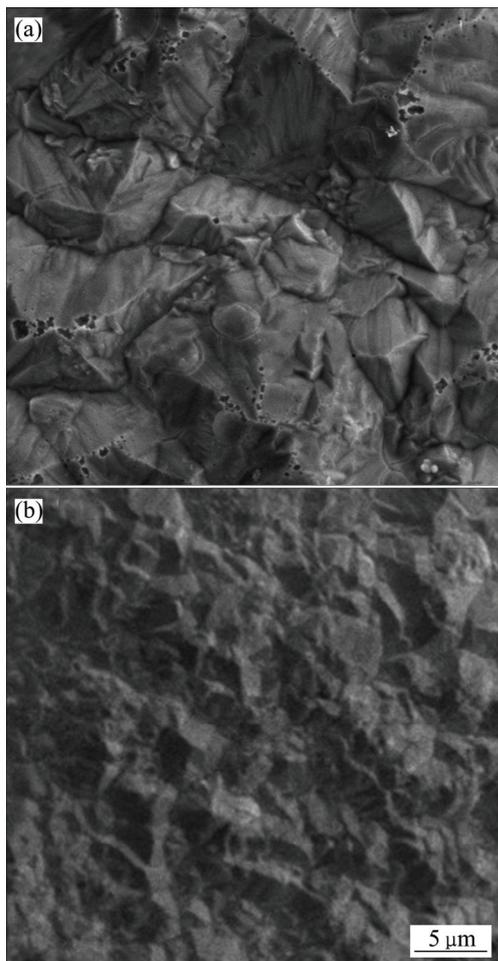


图3 不同条件下获得的钨丝-镍复合电铸层表面 SEM 像
Fig. 3 SEM images of W fiber-Ni composites electroformed at different conditions: (a) Without flexible compression; (b) With flexible compression

2.2 断口形貌

图 4 所示为制得的钨丝-镍复合电铸层的断口形貌。通过对比可以发现,非柔性受压条件下获得的复合电铸层内部出现了几处较为明显的空洞;而在柔性受压条件下获得的复合电铸层则未出现明显的空洞。

在电铸过程中,紧密缠绕在阴极表面的一层层钨丝簇对液相传质产生了一定的阻碍作用,表现为外部的鲜电铸液难以通过自然扩散的方式进入钨丝簇正下方的狭小区域,导致该区域出现空洞。

而在柔性受压电铸制造过程中,柔性压紧轮表面的海绵可以源源不断地向缠绕在阴极表面的钨丝簇内部“泵入”鲜的电铸液,使得电沉积顺利进行;同时,压紧轮对阴极的挤压作用也能保证钨丝与电沉积的镍紧密结合,使得复合电铸层内部致密无空洞。

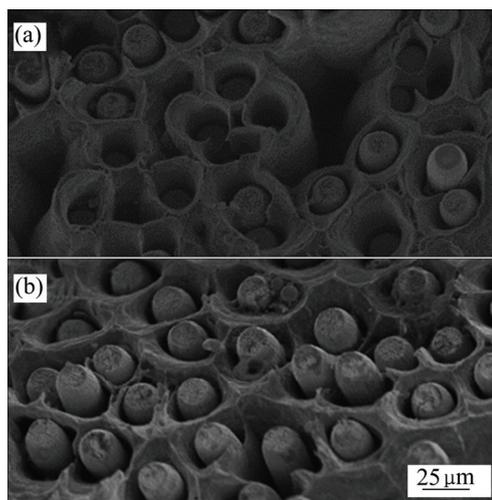


图4 不同条件下获得的钨丝-镍复合电铸层断口形貌
Fig. 4 Fracture morphologies of W fiber-Ni composites electroformed at different conditions: (a) Without flexible compression; (b) With flexible compression

2.3 抗拉强度

图 5 所示为钨丝-镍复合电铸层在不同钨丝体积分数下的抗拉强度。从图 5 中可以发现,两种条件下获得的钨丝-镍复合电铸层的抗拉强度均随着钨丝体积分数的升高而升高,但柔性受压条件下获得的复合电铸层具有更高的强度。随着钨丝体积分数的升高,柔性受压对复合电铸层抗拉强度的提升效果越来越显著,特别地,当钨丝体积分数高于 45%时,非柔性受压条件下获得的复合电铸层强度已经开始随着钨丝的增加而下降,而柔性受压条件下获得的复合电铸层强度依然在上升。当钨丝体积分数为 50%时,柔性压紧轮的应用使得复合电铸层的抗拉强度从 1320 MPa 提高到 1558 MPa,提升了 18%。

在低纤维体积分数下,复合电铸层表面出现孔隙、内部出现空洞的问题并不突出,因此柔性压紧装置仅通过细化晶粒的方式来提升复合电铸层的强度,效果并不明显。但随着钨丝加入量的增多,尤其是当钨丝体积分数超过 45%时,若不使用柔性压紧轮,那么在缠有大量钨丝的阴极电沉积区域内生成的氢气泡将会越来越难以逸出;外部鲜的电铸液则越来越难以穿透钨丝簇而进入该区域,导致复合电铸层表面孔隙和内部空洞越来越严重,钨丝与镍基体的结合性能变差。受到拉伸时,较差的结合性能使得镍基体无法顺利地应力传递给钨丝,导致复合电铸层在钨丝还未起到足够的增强作用时便因为镍基体被破坏而断裂失效了^[18]。

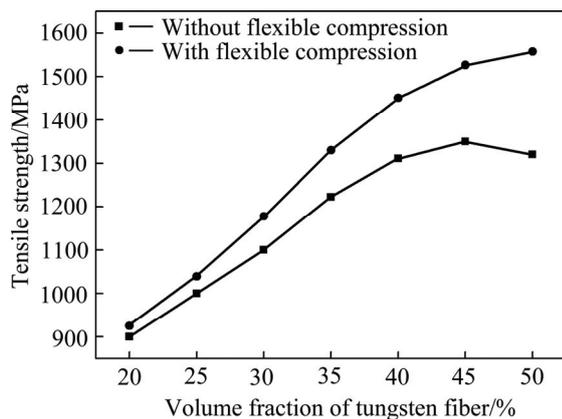


图5 不同钨丝体积分数下复合电铸层的抗拉强度

Fig. 5 Tensile strength of W fiber-Ni composites at different W fiber volume fractions

3 结论

1) 柔性压紧轮的摩擦和挤压作用能够有效降低钨丝-镍复合电铸层表面孔隙并细化镍晶粒。

2) 柔性压紧轮输送电铸液的作用能够有效防止钨丝-镍复合电铸层在高纤维体积分数下出现内部空洞。

3) 柔性受压条件下获得的钨丝-镍复合电铸层具有更高的抗拉强度, 并且随着钨丝体积分数的升高, 其对抗拉强度的提升作用越明显, 当钨丝体积分数达到 50%时, 制得的钨丝-镍复合电铸层的抗拉强度可达 1558 MPa。

REFERENCES

- [1] TANABE Y, NISHIKAWA H, SEKI Y, SATOH T, ISHII Y, KAMIYA T, WATANABE T, SEKIGUCHI A. Electroforming of Ni mold for imprint lithography using highaspectratio PMMA microstructures fabricated by proton beam writing[J]. *Microelectronic Engineering*, 2011, 88(8): 2145-2148.
- [2] TANG P T. Electroforming: From rocket engines to nanotweezers[J]. *Micro and Nanosystems*, 2011, 3(3): 180-187.
- [3] HART T, WATSON A. Electroforming[J]. *Metal Finishing*, 2000, 98(1): 388-399.
- [4] KARIMPOOR A A, ERB U, AUST K T, PALUMBO G. High strength nanocrystalline cobalt with high tensile ductility[J]. *Scripta Materialia*, 2003, 49(7): 651-656.
- [5] 刘宇星, 郭占成, 卢维昌, 段岳. 电沉积制备镍箔的 SEM 形貌和抗拉强度[J]. *过程工程学报*, 2004, 4(4): 340-346.
LIU Yu-xing, GUO Zhan-cheng, LU Wei-chang, DUAN Yue. SEM morphology and tensile strength of nickel foil by electrodeposition[J]. *The Chinese Journal of Process Engineering*, 2004, 4(4): 340-346.
- [6] 章勇, 朱增伟, 朱荻. 辅助磨擦对镍电铸层力学性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2012, 22(5): 1377-1382.
ZHANG Yong, ZHU Zeng-wei, ZHU Di. Effect of attrition on mechanical properties of electroformed nickel[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2012, 22(5): 1377-1382.
- [7] 许伟长, 戴品强, 郑耀东. 钴含量对电沉积纳米晶镍钴合金组织与力学性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2010, 20(1): 92-100.
XU Wei-chang, DAI Pin-qiang, ZHENG Yao-dong. Effect of Co content on structures and mechanical properties of electrodeposited nanocrystalline Ni-Co alloys[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2010, 20(1): 92-100.
- [8] WEI H, HIBBARD G D, PALUMBO G, ERB U. The effect of gauge volume on the tensile properties of nanocrystalline electrodeposits[J]. *Scripta Materialia*, 2007, 57(11): 996-999.
- [9] KODANDARAMA L, KRISHNA M, MURTHY H, SHARMA S C. Development and characterization of electrodeposited nickelbased composites coatings[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2012, 21(1): 105-113.
- [10] XIA F, XU H, LIU C, WANG J, DING J, MA C. Microstructures of Ni-AlN composite coatings prepared by pulse electrodeposition technology[J]. *Applied Surface Science*, 2013, 271(5): 7-11.
- [11] KUMARK A, KALAIANAN G P, MURALIDHARAN V S. Direct and pulse current electrodeposition of Ni-W-TiO₂ nanocomposite coating[J]. *Ceramics International*, 2013, 39(3): 2827-2834.
- [12] SUCHENTRUNK R. Metal matrix composites produced by electroplating[C]// *Nanostructured Thin Films and Nanodispersion Strengthened Coatings*. Netherland: Kluwer Academic Publishers, 2004: 241-250.
- [13] KUBOYAMA K, ISHIBASHI T, UCHIO S. Fabrication of metal matrix composites by electroforming technique[J]. *International Journal of Materials and Product Technology*, 2001, 16(1/3): 67-73.
- [14] 罗学涛, 吴清良, 黄前军, 陈立富. 电化学方法制备纤维增强金属基复合材料的初步研究[J]. *厦门大学学报(自然科学版)*, 2003, 42(6): 746-749.
LUO Xue-tao, WU Qing-liang, HUANG Quan-jun, CHEN Li-fu. Investigated of fiber reinforced metallic matrix composites prepared by electrochemical method[J]. *Journal of Xiamen University (Natural Science)*, 2003, 42(6): 746-749.
- [15] 张国定, 赵昌正. 金属基复合材料[M]. 上海: 上海交通大学出版社, 1996: 2-3.
ZHANG Guo-ding, ZHAO Chang-zheng. *Metal matrix composites*[M]. Shanghai: Shanghai Jiaotong University Press, 1996: 2-3.

- [16] BUDEVSKI E, STAIKOV G, LORENZ W J. 2-12.
Electrocrystallization: Nucleation and growth phenomena[J].
Electrochimica Acta, 2000, 45(15): 2559-2574.
- [17] ARMSTRONG R W. 60 years of Hall-Petch: Past to present
nano-scale connections[J]. Materials Transactions, 2014, 55(1):
- [18] TZOUNIS P N, GERGIDIS L N, MATIKAS T E,
CHARALAMBOPOULOS A. Mathematical investigation of
interfacial property in fiber reinforced model composites[J].
Composites: Part B, 2012, 43(6): 2605-2612.

Influence of flexible compression on microstructure and tensile strength of W fiber reinforced Ni composites by electroforming

QIAN Wang-huan, MIAO Xiao-mei, QIN Feng

(School of Mechanical Technology, Wuxi Institute of Technology, Wuxi 214121, China)

Abstract: During the electroforming of W fiber-Ni composites, the flexible compression wheel was applied to replenish the electrodeposition region with fresh solution and polish the deposition, which leads to the composites with higher tensile strength. The influences of flexible compression on the surface morphology, fracture morphology and tensile strength of the electroformed W fiber-Ni composites were investigated. The results show that the surface porosity and grain size of the depositions are reduced due to the friction and extrusion from the flexible compression wheel; the effect of solution supplement by the flexible compression wheel can prevent the generation of the internal voids; flexible compression can obviously increase the tensile strength of the composite, especially at high W fiber volume fraction. When the volume fraction of the W fiber is 50%, the W fiber-Ni composite electroformed with flexible compression shows the highest tensile strength of 1558 MPa, which is improved by 18%.

Key words: flexible compression; electroforming; tensile strength; W fiber; nickel

Foundation item: Project(51505192) supported by National Natural Science Foundation of China; Project supported by Science and Technology Innovation Team of Jiangsu Provincial University, China; Project supported by Qinglan Project of Jiangsu Province, China

Received date: 2016-02-24; **Accepted date:** 2016-06-30

Corresponding author: QIAN Wang-huan; Tel: +86-510-81838721; E-mail:qianwanghuan@163.com

(编辑 王超)