

[文章编号] 1004-0609(2001)S1-0187-03

压缩氩弧等离子束扫描对化学镀 Ni-P 合金 镀层组织与成分的影响^①

李惠琪, 吴玉萍, 李 敏

(山东科技大学 机电学院, 泰安 271019)

[摘 要] 用压缩氩弧等离子束快速扫描化学镀 Ni-P 合金镀层。组织、成分、结构和性能研究结果表明, Ni-P 合金重熔层大部分为胞状枝晶组织, 由 Ni 基固溶体、 α 相(铁素体)和 Ni_3P 相组成; 次层为淬火马氏体组织; 基体与熔凝层之间存在梯度扩散层。

[关键词] 化学镀; 压缩氩弧; 等离子束; Ni-P 合金

[中图分类号] TG 142

[文献标识码] A

非晶态材料作为新型功能材料, 近年来越来越受到人们的重视和关注, 用熔融急冷法、气相沉积法、电镀及化学镀等方法制备非晶态薄膜已在某些工业部门得到应用^[1~4]。化学镀非晶 Ni-P 合金具有能耗低、可沉积复杂零件等优点, 但镀层与基体结合差、不耐冲击等缺点限制了其进一步扩大应用。本文利用低污染酸性超声化学沉积 Ni-P 合金^[5]与压缩氩弧等离子束快速扫描扩散相结合, 在金属表面制取 Ni-P-Fe 合金镀层, 并对合金镀层的成分、组织和性能进行了分析。

1 实验

Ni-P 合金镀层用超声波化学镀获得。酸性化学镀液配方为 20 g/L NiSO_4 + 20 g/L NaH_2PO_2 + 20 g/L CH_3COONa + 适量复合添加剂。施镀温度 30~40 °C, pH 6.4, 超声频率 19.5 kHz, 功率 250 W。基材选用 45[#] 钢棒材(d 35 mm), 表面经除油、酸洗活化后施镀, 镀层厚度约 20 μm 。

用自制的压缩氩弧等离子束表面处理设备对镀层进行快速扫描熔凝处理。工件转速为 45 r/min, 等离子束轴向移动速度为 35 mm/min, 保护气体流量为 0.6 L/h, 电离气体流量为 0.4 L/h, 工作电流为 120 A, 等离子束斑直径为 4 mm。

采用金相显微镜观察镀层形貌, 镀层成分分析采用 JCSA-733 型电子探针和 TXA-840 型扫描电

镜, 物相分析采用 D/max-RB 全自动 X 射线衍射仪(Cu 靶), 显微硬度测试采用日本 M 型显微硬度计, 载荷为 0.1 N, 加载时间为 5 s。

2 实验结果与分析

2.1 化学镀层表面形貌

超声波酸性化学镀镀层金相组织形貌如图 1 所示。可见镀层表面为细小均匀的胞状组织。在低磷镀层中, 形成 Ni-P 非晶合金的倾向小, 因此镀层主要以晶态形式存在; 随着含磷量增加, Ni-P 合金非晶态比例增大, 当含 P 量超过 8% (质量分数) 时, 即表现出明显的非晶态特征^[6,7]。能谱分析表明本实验镀层含磷量约为 6%。图 2 为超声波化学镀 Ni-

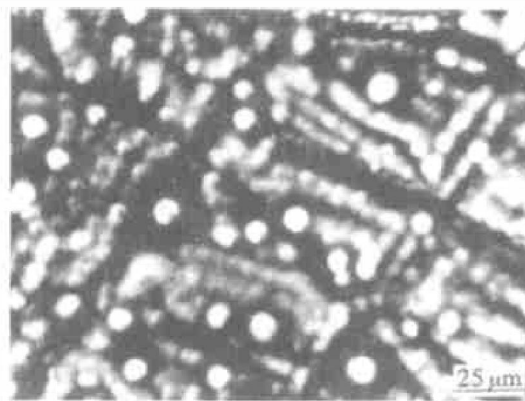


图 1 超声波化学镀 Ni-P 镀层表面形貌

Fig. 1 Surface morphology of Ni-P layer

① [基金项目] 山东省教委资助课题

[收稿日期] 2000-10-08; [修订日期] 2000-03-05

[作者简介] 李惠琪(1953-), 男, 教授, 博士。

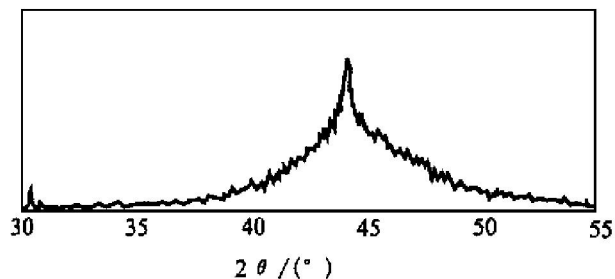


图2 超声波化学镀 Ni-P 镀层的 X 射线衍射图

Fig. 2 XRD pattern of Ni-P layer

P 合金镀层的 X 射线衍射图, 可见具有非晶镀层衍射花样, 其衍射角度与 Ni(111) 晶面对应, 有少许尖峰, 说明有少量微晶存在。

2.2 等离子束扫描重熔层的组织和结构

图3所示为经等离子束扫描重熔 Ni-P 合金镀层截面的金相组织, 表层为白色枝晶, 次层(扩散层)为马氏体, 基体为铁素体+珠光体。等离子束快速扫描加热时, 在等离子弧瞬间高温^[8] (10^4 K) 作用下, Ni-P 合金镀层和部分基体迅速加热至熔融状态, 熔融合金在空气和基体的双重冷却作用下, 结晶为树枝状晶。次表层(原始组织为铁素体+珠光体)在高温作用下, 快速形成奥氏体, 由于高温停留时间很短, 奥氏体晶粒来不及长大, 在基体自激冷作用下, 形成细小马氏体组织。

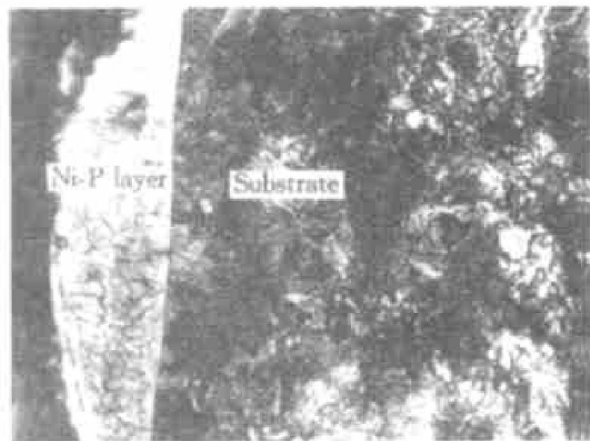


图3 熔凝层显微组织

Fig. 3 Microstructure of fusion layer

等离子束扫描重熔后, 对镀层成分进行了能谱和电子探针分析。能谱分析结果如表1所示, 由表1看出, Ni 与 Fe 原子进行了互扩散。Ni 与 Fe 同为过渡族元素, Ni 为面心立方晶格, Fe(912~1148℃)也为面心立方晶格, 且原子半径相近, 易形成置换固溶体。电子探针分析结果见图4, 在合金镀层与基体的结合界面上, Ni 元素由镀层到基体呈梯度减小, 在镀层内部 Ni 分布相对均匀; Fe 元素

表1 熔凝层能谱成分分析结果

Table 1 Composition of fusion layer by electron spectrum element analysis

Location	w (Ni) / %	w (Fe) / %	w (P) / %
Surface	66.71	27.79	5.50
Interface	14.76	85.21	0.09

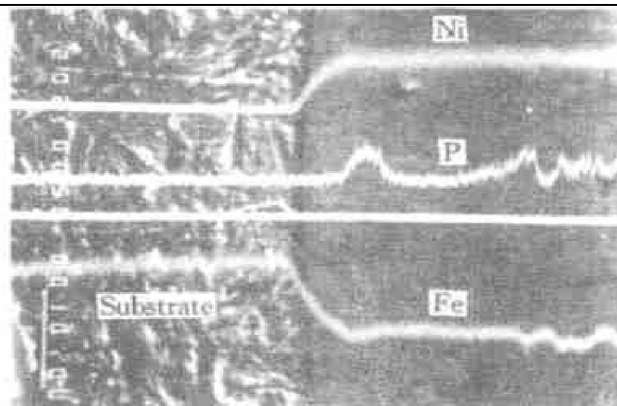


图4 熔凝层电子探针成分分析结果

Fig. 4 Composition of fusion layer by electron probe element analysis

由镀层至基体呈梯度增加, 而在镀层内部 Fe 元素出现波动, 表明熔凝时存在 Fe 的长程传输过程; P 元素在界面两侧含量无变化, 在镀层内部出现不均匀波动, 表明 P 元素原子分布不均匀。可见熔融状态的 Ni-P 合金层与基体在高温下发生了互扩散, 形成了梯度扩散层, 实现了冶金结合。

Ni-P 合金熔凝层的 X 射线谱如图5所示。分析表明, 镀层中存在镍基固溶体、 α 相和 Ni_3P 相。 Ni_3P 是金属间化合物, 具有很高的硬度, 它弥散析出, 产生沉淀硬化, 提高熔凝层的硬度^[9]。

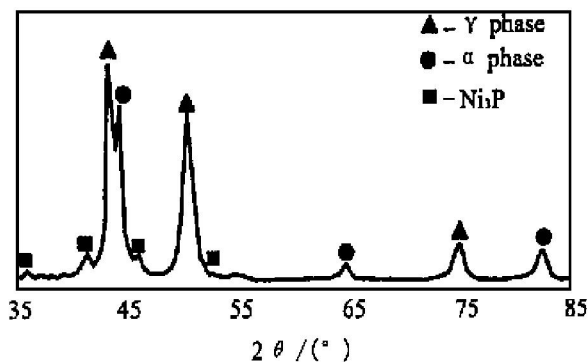


图5 熔凝层的 X 射线衍射图

Fig. 5 XRD pattern of fusion layer

2.3 Ni-P 合金等离子熔凝层的性能

图6为 Ni-P 合金等离子熔凝层的显微硬度曲线。可以看出, Ni-P 合金熔凝层的硬度较均匀, 且

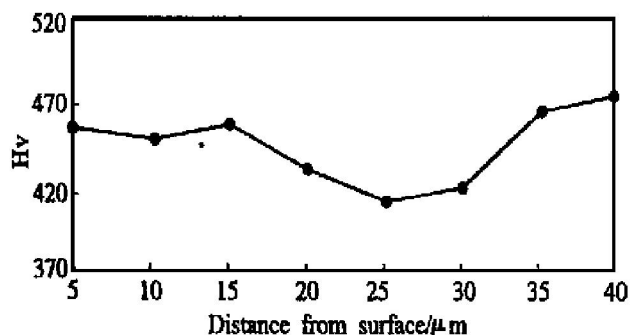


图 6 熔凝层显微硬度分布曲线

Fig. 6 Microhardness curve of fusion layer

稍低于基体硬度, 而界面处硬度较低。硬度分布与组织有关。熔凝层成分较均匀, 但较常规化学镀镀层组织粗大, 且呈晶态, 故硬度偏低; 界面处组织为镍铁置换固溶体, 故硬度较低; 基体硬度较熔凝层的高是因为基体发生了马氏体硬化。

[REFERENCES]

- [1] ZHONG Min-lin (钟敏霖), LIU Wen-jin (刘文今), REN Hao-lie (任豪烈). FeCSiB 合金连续非晶化的研究[J]. Transaction of Metal Heat Treatment (金属热处理学报), 1998, 20(1): 42.
- [2] ZHANG Guang-hua (张光华). Base of Plasma and Film Forming (等离子体与成膜基础) [M]. Beijing:

Defense Industry Press (国防工业出版社), 1994. 164.

- [3] SONG Jin-fu (宋锦福), GUO Kai-ming (郭凯铭), ZHAO Zi-hui (赵子辉). 成分和结构对 Ni-W-P 镀层抗冲刷腐蚀性能的影响[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metal (中国有色金属学报), 1998, 8(3): 379.
- [4] ZHAN Zai-ji, MA Xi-xiu, SUN Yue, et al. Effect of target temperature on microstructure of aluminium surface layer modified by plasma base ion implantation [J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 2000, 10(1): 53.
- [5] LI Hu-qi (李惠琪), LI Hu-dong (李惠东), WU Yu-ping (吴玉萍). 低温超声波化学镀镍层的组织结构与性能[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals (中国有色金属学报), 1998, 8(4): 573.
- [6] Hur K H, Dong J H, Lee N Y. Microstructures and crystallization of electroless nickel deposits [J]. J Mater Sci, 1990(3): 26.
- [7] Martyak N M. Structure of electroless nickel coatings [J]. Plating and Surface Finishing, 1993(6): 15.
- [8] GUO Zeng-yuan (过增元). Heat Fluidics (热流体学) [M]. Beijing: Qinghua University Press (清华大学出版社), 1992. 140.
- [9] SUN Hong-fei (孙宏飞), LIU Ji-lin (刘继林), WU Yu-ping (吴玉萍). 化学沉积镍磷合金的微观特征[J]. Journal of Shandong Architectural and Civil Engineering Institute (山东建筑工程学院学报), 1995(5): 13.

Effects of compress argon arc plasma beam scanning on microstructure and composition of electroless Ni-P alloy layer

LI Hu-qi, WU Yu-ping, Li Min

(Electromechanical College, University of Science and Technology Shandong,
Tai'an 271019, P. R. China)

[Abstract] Electroless Ni-P alloy layer is scanned rapidly by compression argon arc plasma beam. The microstructure, composition and microhardness of Ni-P alloy layer show that Ni-P alloy layer becomes cellular dendrite which is mainly composed of γ (Ni, Fe), α Fe and Ni_3P phase. The sublevel is martensite quenching structure. A gradient diffusion layer exists between the layer and the matrix.

[Key words] electroless plating; compression argon arc; plasma beam; Ni-P alloy

(编辑 杨 兵)