

文章编号:1000-582X(2006)06-0071-04

纺织钢领化学镀 Ni-P 合金的工艺设计^{*}

田中青¹, 周正¹, 曹登驹²

(重庆大学 1. 材料科学与工程学院; 2. 资源及环境科学学院, 重庆 400030)

摘要:为提高纺织钢领的耐磨性,提高其使用寿命,对预先经过碳氮共渗处理的纺织钢领进行了化学镀 Ni-P 合金强化的研究.采用正交试验等方法选择了合适的络合剂与稳定剂;通过分析不同浓度的还原剂对镀液稳定性的影响,优化了镀液中的还原剂浓度;讨论了镀后热处理工艺对钢领性能的影响.结果表明:柠檬酸、苹果酸和丁二酸 3 种络合剂按一定比例混合使用,并在镀液中加入少量的硫脲,可得到性能优良的镀层,而且镀液的使用寿命达到 6 个周期;340 ℃ × 8 h 的镀后热处理工艺可使磷含量较高的镀层表面硬度达到 HV1 000 以上.

关键词:钢领;化学镀 Ni-P;热处理

中图分类号:TB37

文献标识码:A

钢领是纺织机械——细纱机及捻线机上卷捻部分一个非常重要的环状零件,它与高速运转的钢丝圈组成一对摩擦副,在无润滑的条件下服役.钢领使用寿命的长短与纺织生产的成本直接相关,钢领质量的高低又直接影响成纱的质量和劳动生产率.因此,世界各国的纺织界都十分重视提高钢领的性能.目前,国内普遍采用的碳氮共渗处理的钢领,一次使用寿命为 8~12 个月.行星抛光或振动抛光的光面钢领可使用 14 个月左右.电镀硬铬的钢领使用寿命可达 2~3 a,但因其表面粗糙,所以使用走合期较长,初期断线率高.这与国外钢领生产的技术水平差距较大,例如,日本金井公司 Ks 型钢领使用寿命高达 5~8 a^[1].

对于钢领,人们曾做过多种工艺尝试.例如,钢领渗硫降低摩擦系数,对提高钢领的使用寿命有一定的作用;低温碳氮共渗可提高钢领的表面硬度,但因其硬化层浅,使用中的钢领发生了金属流变;渗硼的钢领硬度很高,但终因其表面粗糙,摩擦系数大而过早磨损.分析认为,钢领的失效,主要是粘着磨损、接触疲劳磨损和热疲劳磨损^[2].因此,高质量的钢领应具有足够的基体强度、高的表面硬度与低的摩擦系数.化学镀 Ni-P 合金及其复合处理是近年发展起来的新兴的表面强化技术.与电镀硬铬相比较,它具有镀层均匀光整、硬度高、减摩性好、与基体金属的结合力强等优点^[3].笔者针对钢领的化学镀 Ni-P 合金镀液配方以

及镀后热处理工艺做了较细致的研究,取得了初步的成功.

1 试验材料及方法

试验中的被镀件为纺织钢领,材料为 20 号钢,表面经过碳氮共渗淬火回火热处理.试验仪器及设备主要有:500 mL 烧杯,恒温热水器,水银温度计,Olympus 金相显微镜,HV-1000 型显微硬度计.试验用各种溶液均采用蒸馏水配置.镀液成分为:硫酸镍,次亚磷酸钠,醋酸钠,柠檬酸,丁二酸,苹果酸,适量稳定剂.工艺流程为:用碱性溶液对钢领进行化学除油→热水洗→冷水洗→18% HCL 活化 1 min→冷水洗→热水洗→施镀.施镀过程中,镀液温度控制在(90 ± 2) ℃,pH 值 4.2~4.8,施镀时间 1~1.5 h,并以恒定的速度对镀液进行机械搅拌.施镀后,对钢领进行解剖制样,并用 Olympus 金相显微镜测量镀层的厚度.镀后热处理过程中,采用 Al₂O₃ 粉末做保护气氛,以免镀层氧化变色,用 HV-1000 型显微硬度计测量热处理后钢领的表面硬度和基体硬度.

2 镀液中主要配方的筛选

2.1 络合剂的确定

由于文中的化学镀试验是专门针对纺织钢领设计

* 收稿日期:2006-01-15

作者简介:田中青(1980-),男,山西原平人,重庆大学硕士研究生,主要从事化学镀 Ni-P 及其复合镀方面的研究.

的,对于纺织钢领的镀层,一方面要有高的表面硬度,另一方面要有良好的表面光洁度,这是提高钢领耐磨性的2个重要措施.因此,其镀液中络合剂的筛选也应以提高这两方面的性能为主要标准;兼顾经济效益因素,镀液的镀速 v 和使用寿命也是络合剂组合和筛选应考虑的标准.据相关资料表明^[4]:柠檬酸,苹果酸,

丁二酸3种络合剂三元组合,可以兼顾镀层的耐磨性和镀液的使用寿命.因此,笔者对3种络合剂进行三因素三水平的正交试验,由此可确定3种络合剂的最佳配比,正交试验表见表1.试验中所使用的主盐浓度为:硫酸镍25 g/L,次亚磷酸钠15 g/L,醋酸钠15 g/L;施镀时间1 h.

表1 正交试验表

实验号	柠檬酸/g·L ⁻¹	丁二酸/g·L ⁻¹	苹果酸/g·L ⁻¹	镀层状况	镀态表面硬度	$v/\mu\text{m}\cdot\text{h}^{-1}$	使用寿命/周期
1	5	5	10	镀层光亮	HV675	12.0	约2.5
2	5	10	15	光洁度一般	HV652	12.0	约2.0
3	5	15	20	光洁度较好	HV680	12.0	约2.0
4	10	5	15	镀层粗糙	HV609	10.7	1.0
5	10	10	10	光洁度较好	HV612	10.7	约1.5
6	10	15	20	镀层灰暗	HV653	6.7	1.0
7	15	5	20	镀层粗糙	HV618	10.0	1.0
8	15	10	10	光洁度较好	HV629	10.7	约2.0
9	15	15	15	光洁度较好	HV649	11.3	2.0

对表1进行综合分析可知:1号、3号、9号3种镀液的性能优于另外几种.进一步对1、3、9号镀液进行稳定性试验得出1号镀液的稳定性优于另外2种.因此,本试验中最佳的络合剂配方为:柠檬酸5 g/L,丁二酸5 g/L,苹果酸10 g/L.但是,由于镀液中未添加稳定剂,即使1号镀液也很不稳定,只能使用2~3个周期,因此,镀液中应添加适当的稳定剂.

2.2 稳定剂的确定

稳定剂的加入,可延长镀液的使用寿命.目前较常用的稳定剂主要有:硫脲等含硫化物;重金属离子如 Pb^{2+} 、 Bi^{2+} 、 Cd^{2+} ;含氧酸盐等^[5].稳定剂的加入一般会降低镀液的镀速.本试验中选用的3种稳定剂分别为:醋酸铅1 mg/L,碘酸钾15 mg/L,硫脲3 mg/L.图1所示为镀液中分别加入3种稳定剂后,其镀速 v 随实验次数 n 的变化规律.

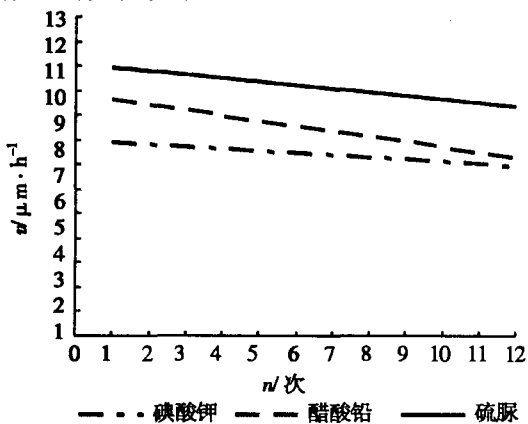


图1 稳定剂对镀速的影响

加入稳定剂后,镀液的使用周期明显增加,可使用6个周期左右.从图1中可看出,镀液中加入碘酸钾后,镀速稳定,但镀速太低,平均镀速只有7.4 $\mu\text{m}/\text{h}$ 左右;加入醋酸铅后的平均镀速也只有8.4 $\mu\text{m}/\text{h}$,而且镀速下降较快;加入硫脲后的平均镀速达到10.2 $\mu\text{m}/\text{h}$.一般来说,镀速小于10 $\mu\text{m}/\text{h}$ 的镀液实用价值不高^[6],因此,本试验选用3 mg/L的硫脲做稳定剂,一方面可起到较好的稳定作用,另一方面对镀速的影响较小.

2.3 还原剂浓度的确定

还原剂的浓度 c 会影响镀速及镀液的稳定性.试验中选用5种不同的还原剂浓度,分别为15,20,25,30,35 g/L,其它组分浓度不变.表2为试验数据.

表2 试验数据

$c/\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	$v/\mu\text{m}\cdot\text{h}^{-1}$	镀液稳定状况
15	8.0	较稳定
20	9.3	较稳定
25	10.7	较稳定
30	10.7	不稳定
35	—	极不稳定

从表2的数据以及试验过程中的观测可知,随着还原剂浓度的增加,镀速不会无限增加,而是存在一个极限镀速.镀液的稳定性随还原剂浓度的增加而降低,主要表现为:几次施镀后镀液就开始老化,镀液变浑浊,镀层在容器壁上沉积较多.严重时,镀液在一次施镀过程中就老化,致使钢领表面无法沉积镀层.这主要

是由于镀液中过量的次亚磷酸根离子与镍离子发生反应,生成亚磷酸镍沉淀,导致镀液不稳定.分析认为,选用次亚磷酸钠浓度为25 g/L时,镀速较快,镀液较稳定.

3 镀后热处理的工艺试验

试验中分别用还原剂浓度为25 g/L和15 g/L的镀液制得不同磷含量的钢领试样A和B,其中A试样的磷含量高于B.在不同温度、不同保温时间下,对钢领试样进行热处理.图2-图4分别为热处理后钢领的表面硬度HV随保温时间t的变化规律.

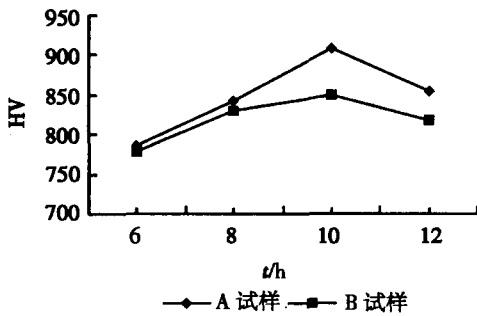


图2 290 °C不同时间热处理后的表面硬度

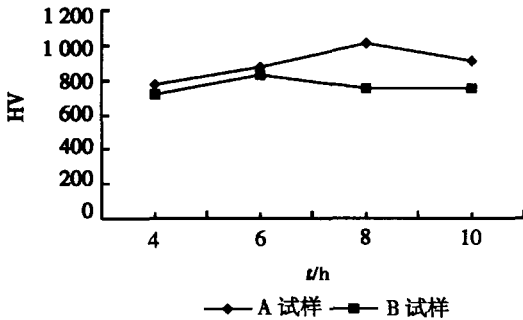


图3 340 °C不同时间热处理后的表面硬度

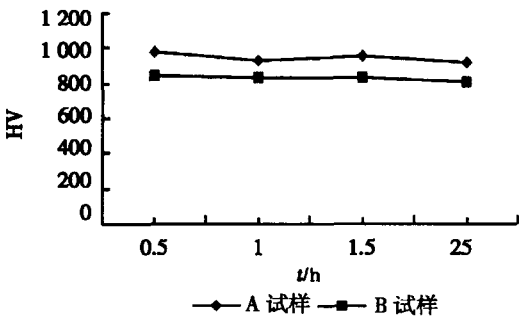


图4 390 °C不同时间热处理后的表面硬度

由图2-图4可知,含磷量较高的镀层经过不同温度时效后的硬度均高于含磷量较低的镀层,符合Ni-P合金镀层的一般规律,前者可能对提高钢领的耐磨性更为有利.含磷量较高的镀层在290,340,390 °C时效,硬度峰值对应的回火时间分别为10,8,1 h左右,但其峰值略有差异.回火的目的,除了提高镀层的硬度之外,还在于去除应力,提高镀层与基体的结合力.对于纺织钢领尚须考虑对于碳氮共渗层强度的影响.在上述回火条件下,钢领碳氮共渗层的硬度分别为HV650、HV610和HV580左右.分析认为,采用290 °C与340 °C回火,镀层的硬度可达HV900以上,同时基体硬度在HV600以上,有利于抑制接触疲劳裂纹的萌生.表面的高硬度有利于减小粘着磨损的影响.相比之下,340 °C回火对提高镀层与基体的结合强度更为有利.

4 结论

1)镀液成分:硫酸镍25 g/L,次亚磷酸钠25 g/L,醋酸酸钠15 g/L,柠檬酸5 g/L,丁二酸5 g/L,苹果酸10 g/L,硫脲3 mg/L.钢领在此镀液中施镀1 h,镀层厚度可达15~18 μm,此镀液可使用6个周期以上.

2)钢领镀后热处理工艺为:340 °C × 8 h,此时含磷量较高镀层的表面硬度可达HV1 000以上,共渗层硬度可维持在HV610以上.经此工艺处理的钢领已在纺织机上运行18个月,尚未结束试验.

参考文献:

- [1] 徐美. 国内外钢领浅析[J]. 纺织器材, 1993, 21(1): 15-17.
- [2] 郭会清. 钢领磨损失效机理及使用性能的探讨[J]. 纺织器材, 1997, 15(2): 28-30.
- [3] 闫洪. 现代化学镀镍和复合镀新技术[M]. 北京: 国防工业出版社, 1999. 1-2.
- [4] 郑华军, 吕忠良, 袁军国. 高稳定性化学镀镍磷合金工艺[J]. 电镀与环保, 1997, 17(2): 13-16.
- [5] 周海晖, 呼延鑫. 化学镀镍溶液稳定剂的研究[J]. 电镀与环保, 1999, 19(1): 23-25.
- [6] 李宁. 化学镀实用技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004. 43-49.

Technologic Study of Electroless Plating of Ni - P Alloy on Spinning Steel Ingot

TIAN Zhong-qing¹, ZHOU-Zheng¹, CAO Deng-ju²

(1. College of Material Science and Engineering ;

2. College of Resources and Environmental Science , Chongqing University, Chongqing 400030, China)

Abstract: In order to improve the wear-resistance of Spinning Steel Ingot and extend its life span accordingly, intensified process of the electroless plating Ni - P alloy on Spinning Steel Ingot pretreated with nitrocarburizing is studied. Appropriate complexing and stability agent are selected by orthogonal and other experiment. The concentration of the reducing agent is optimized by analysing the influence of different reducing agent concentration to the stability of plating liquid. Effects of heat treatment on the performance of Spinning Steel Ingot are discussed. The results show that a certain amount of citric acid malic acid and butane diacid commixed with a small amount of thiourea in plating liquid can get a good performance coating and the life span of plating liquid can get eight periodic times. The surface hardness of coating which contains more phosphorus achieves more than HV1 000 after 340 °C × 8 h heat treatment.

Key words: steel ingot ; electroless plating Ni - P ; heat treatment

(编辑 李胜春)

(上接第 50 页)

- [4] 张贤达. 时间序列分析[M]. 北京:清华大学出版社,1999. [6] 张贤达. 现代信号处理[M]. 北京:清华大学出版社,2002.
- [5] GIANNAKIS G B, MENDEL J M. Identification of Nonminimum Phase Systems Using Higher Order Statistics[J]. IEEE Transactions on Acoustics, Speech, and Signal Processing, 1989,37(3):360 - 377. [7] 沈民奋,沈凤麟. 非高斯 AR 模型及其在心音信号分析中的应用[J]. 信号处理,1997,13(3):250 - 255.
- [8] 张桂才,杨叔子,史铁林. 基于高阶统计分析的机械故障特征提取技术研究[D]. 武汉:华中科技大学,2002.

Parametric Bispectrum Estimation and Slice Analysis for Pulse Signals

ZHANG Ji-hong¹, CAI Kun-bao², LI Yu-han¹

(1. College of Electrical Engineering;

2. College of Communication Engineering, Chongqing University, Chongqing 400030, China)

Abstract: Higher-order statistics method is an overhead subject in the fields of signal processing in the world in recent years. The pulse signals are analyzed by applying parametric bispectrum estimation. Non-Gaussian AR model is proposed for calculating the bispectrum of pulse signals for 15 heroin addicts and 15 healthy persons. Characteristic parameters of magnitude bispectrum of the pulse signals are obtained by using horizontal slices of magnitude bispectrum. Characteristic parameters of bispectrum phase of the pulse signals are obtained by using horizontal slices of bispectrum phase. Moreover, two primary criterions are also obtained by using the characteristic parameters. Exactness ratios of two primary criterions reach 93.3% and 90%, respectively. The research result shows that parametric bispectrum estimation for analyzing pulse signals of heroin addicts is really an effective method.

Key words: pulse signal; non-Gaussian AR model; bispectrum; horizontal slices

(编辑 李胜春)