

# TaW10 表面镀覆工艺

宋 凉, 刘兴斌, 叶 晖  
(西安航天发动机厂, 陕西 西安 710100)

**摘 要:** 为保证钎焊镍层的要求, 对耐高温材料 TaW10 进行了钎焊镀层的工艺研究, 通过试验确定了 TaW10 表面镀镍工艺, 包括预处理过程和镀镍过程。对镀层的性能 (外观、结合强度及钎焊性能等) 进行了分析, 研究结果表明: 对于 TaW10 执行吹细砂-除油-浸酸-预镀镍-镀镍工序, 得到的镀层结合强度高, 经试生产钎焊性能满足使用要求。

**关键词:** TaW10; 预镀; 镀镍; 吹砂; 浸酸; 钎焊

**中图分类号:** V261

**文献标识码:** A

**文章编号:** (2009) 01-0054-05

## TaW10 surface plating process

Song Liang, Liu Xingbin, Ye Hui  
(Xi'an Space Engine Factory, Xi'an 710100, China)

**Abstract:** The plating process of heat-resistant material TaW10 was studied to meet the brazing requirements of its nickel coating. Through various tests nickel plating process of TaW10 was determined including pretreatment and nickel plating. Coating properties were analyzed in terms of appearance, bonding strength, brazing properties, and etc. Test results show that surface coating with high bonding strength can be obtained by the processes of fine sand blasting, degreasing, pickling, nickel pre-plating and nickel plating. Pilot production has proved that brazing properties of the coating meet operation requirements.

**Key words:** TaW10; pre-plating; nickel plating; sand blasting; pickling; brazing

## 0 引言

钽是一种高密度、高熔点的过渡金属, 有良

好的塑性, 易于加工成形, 并有耐蚀及其他一些特殊性能, 所以在电子、化工、电炉、航空航天及原子能工业等领域的应用越来越广泛。随着科学技术的发展和我国现代化进程的加快, 对钽材

收稿日期: 2008-09-08; 修回日期: 2008-11-10。

作者简介: 宋凉 (1979—), 男, 硕士, 研究领域为表面处理, 镀覆工艺及喷涂。

料的用量逐年增加,对其质量和性能的要求也日益提高。钽合金还可用于某些特殊用途,美国洛斯-阿莫斯国立研究所开发了含20%钽的钽合金,它对熔融铀有很好的耐蚀性,军事上正在开发的炮身内衬材料为一种钽钨合金,目的是耐高温<sup>[1]</sup>。TaW10材料属于钽钨合金的一种,有热轧状态(R)和再结晶退火状态(M),产品现用热轧状态。该材料属于特殊耐高温材料,工作温度可达1,500℃~2,000℃,材料表面呈银灰色或蓝灰色。

在某型号发动机上,材料为TaW10R的某零件,设计要求在此零件表面镀覆一层镍镀层后,再与其他零件钎焊连接。镍镀层做为功能性镀镍层,主要是防止TaW10R材料在钎焊加热过程中发生氧化,钎焊料在镍层上具有很好的流展性,能有效地改善基体材料的焊接性能<sup>[2]</sup>。研究了钽钨合金的镀镍工艺,确定了吹砂-除油-浸酸-预镀镍-镀镍的工艺流程。采用该工艺流程镀出的镀层结合力强,完全符合使用要求。

## 1 技术难度分析

通过研究发现现有镀镍工艺仅应用于钢铁、铜合金及铝合金等常用金属基体材料,而对于钽及钽合金材料的镀覆工艺在国内很少有报导。分析此零件的特点和电镀过程,认为在装挂方式的选择、镀层沉积速率控制及电流分布控制等方面难度不大,最大困难是如何保证镀层与基体材料的结合强度。

镀层的沉积是金属离子在电极表面电化学还原而析出金属的过程。金属离子直接经过双电层转移到金属电极已有的晶面上,在电极表面接受电子形成吸附原子,然后通过这种吸附原子沿金属电极表面扩散,最终达到生长点并结合进入晶格。如果镀层的晶体结构和基体相差很远,生长的晶体在开始时会和基体的结构一样,而逐渐向自身稳定的晶体结构转变。基体对结晶定向的影响只能延伸到一定的程度。电沉积层的晶体结构,取决于沉积金属本身的晶相学特性<sup>[3]</sup>。镀层金属和基体金属晶格相同或类似,表现上看即是镀层结合力良好。钽钨晶体结构都为体心立方,镍

镀层属于面心立方结构<sup>[4]</sup>。从晶格结构的角度分析,电镀层沉积的难度不大。

然而,研制初期试镀发现在TaW10R材料上进行电镀(曾经试验镀锌、镀铜、镀铬及镀镉等)存在较大困难,镀层与基体材料的结合强度根本无法保证。这是因为钽及钽合金在含氧介质中比较容易钝化,表面形成一层致密稳定的钝化膜,阻碍了其他金属在其表面的沉积,因此难以得到结合力好的电镀层。

## 2 试验过程

### 2.1 试验材料

采用了宁夏东方有色金属集团有限公司生产的TaW10R,棒料加工而成,规格:δ3×Φ40mm,镀覆时工作面积0.29 dm<sup>2</sup>。

### 2.2 试验方案

#### 2.2.1 除油工艺

除油工艺主要指运用合理的工艺方法,去除材料表面残存的油脂等污物,这是保证后续镀层结合强度的前提。采用钢铁件除油、铝件除油及有机溶剂除油等工艺规范进行对比研究。

#### 2.2.2 浸酸工艺

基体表面与空气中的氧发生反应生成氧化物薄膜,呈灰黑色。这种氧化膜严重影响镀层与基体的结合力。浸酸工艺主要指使用某种溶液在一定参数下对表面进行处理,以去除零件表面的氧化物等,使镀覆面保持新鲜活泼状态,进一步增强镀层结合强度。

对其四种酸液进行了研究:

S-a: 高铬钢浸酸液;

S-b: H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (30%);

S-c: HNO<sub>3</sub> (30%) + HF (10%);

S-d: HNO<sub>3</sub> (50%)。

#### 2.2.3 预处理工艺

主要针对镀前的预处理工序进行,本工序对保证镀层结合强度具有决定性作用。研究了预镀镍、氰化预镀铜及表面吹砂粗化(包括三种规格的砂粒)三种预处理方案(如表1所示)。

表 1 预镀镍溶液及工艺参数<sup>[9]</sup>  
Tab.1 Nickel pre-plating solution and process parameters

成分和条件	预镀镍	氰化预镀铜	镀镍
HCl/(g·L <sup>-1</sup> )	100	-	-
NiCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O/(g·L <sup>-1</sup> )	200~250	-	20~25
NiSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O/(g·L <sup>-1</sup> )	-	-	130~170
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ·10H <sub>2</sub> O/(g·L <sup>-1</sup> )	-	-	100~140
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	-	-	适量
CuCN/(g·L <sup>-1</sup> )	-	30~50	-
NaCN(游离)/(g·L <sup>-1</sup> )	-	4~9	-
NaOH/(g·L <sup>-1</sup> )	-	12~16	-
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ·10H <sub>2</sub> O/(g·L <sup>-1</sup> )	-	40~100	-
KNaC <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>6</sub>	-	适量	-
电流密度/(A·dm <sup>-2</sup> )	5~8	5~8	0.5
时 间/min	4~6	4~6	40
温 度	室温	室温	室温

2.2.4 镀镍工艺

镀镍的应用很广，可分为防护装饰性和功能性两方面，根据使用要求需要钎焊性镀层，暗镍镀层能达到这一功能性要求，因此选择了一种镀暗镍工艺<sup>[6]</sup>。

2.3 镀层结合强度检测方法

2.3.1 锉刀试验

依据标准：GB5270-85.1.5。方法：在试件固定后，用粗齿扁挫从基体金属至镀层成 45°锉其断面，观察镀层是否从基体上剥离。

2.3.2 划线、划格试验

依据标准：GB5270-85.1.8。方法：在镍层表面划边长为 1mm 的正方形格子，观察格子内的镀层是否从基体上剥落。

2.3.3 热震试验

依据标准：GB5270-85.1.12。方法：将试件随炉加热至 300℃，保温 1h 后，将试样放入室温水 中骤冷，观察镀层有无出现起泡、片状剥落等与基体分离的现象。

3 试验结果

3.1 除油试验

分别选取有机溶剂溶液、钢件除油溶液、铝

件除油溶液对试片进行除油，通过检测最终除油效果，对比每种材料表面状态变化情况，确认出效率最高、且对材料表面状态无影响的溶液及规范，试验结果如表 2 所示。

表 2 除油试验结果

Tab.2 Degreasing test results

选用溶液	表面状态	时间/min	除油效果
钢件 普通	无变化	15~30	彻底
除油 阳极	无变化	3	彻底
铝件除油	无变化	15~30	效果不佳
金属清洗剂	无变化	5	效果不佳

由表 2 可以得出，用钢件除油溶液对零件进行化学除油 15~30 min，除油效果良好，基体表面状态无变化。另外，钢件除油溶液相对于其他除油方法比较操作简单，故选择钢件除油溶液除油。

3.2 浸酸试验

浸酸工序对镀层的结合强度起到十分关键的作用，是必不可少的。选用现有浸酸溶液开展试验，试验结果如表 3 所示。

表 3 浸酸试验结果（常温）

Tab.5 Pickling test results (room temperature)

选用溶液	浸酸时间/h	表面状态
S-a	0.5	表面有挂灰,水枪可轻易去除
S-b	1	无变化
S-c	0.5	表面有挂灰,水枪可轻易去除
S-d	1	无变化

由表 3 可以得出，表面去除效果最好的为高铬钢浸酸液。钽及钽合金对酸均有较强的抗蚀性及稳定性<sup>[7]</sup>，含有 F 的酸液会对其慢慢产生作用。S-a、S-c 两种配方的溶液均约含 F-10%，在除去表面氧化物的同时，也能浸蚀并活化表面。考虑实际生产中 S-a 溶液为生产现场所有，不用重新配制，因此选用 S-a 溶液（高铬钢浸酸液）。

3.3 结合强度

对按照工艺镀覆的所有试件进行锉刀试验、划线、划格试验及热震试验，各镀层表面检查结果如图 1 所示。

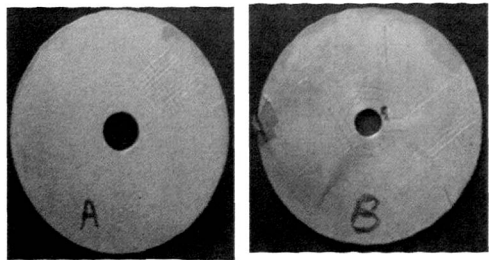


图 1 划格法镀层结合力检测

Fig.1 Pane scratching testing of coating bonding strength

由试验可知,预镀镍和预镀铜都能显著提高镀层结合强度。图 1 为划格法检测镀层结合强度。A 试板增加预镀镍,B 试板无预镀工序,增加预镀镍后镀层结合强度没有与基体剥离,完全符合 GB5270-85.1.8 要求。因此增加预镀工序是必需的,预镀工序是保证后序镍层结合力的前提。

图 2 为 A 试板经热震试验后局部放大 20 倍的照片,从图 2 可以看出,镀层无起泡、片状剥落等与基体分离的现象。说明增加预镀后的镀层结合强度高,符合 GB5270-85 要求。

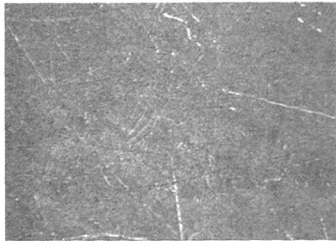


图 2 热震法镀层结合力检测 20x

Fig.2 Thermal shock testing of coating bonding force (20x)

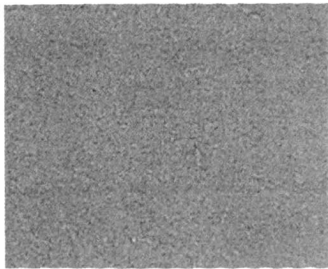


图 3 吹砂原始表面 50x

Fig.3 Original sand-blasted surface (50x)

经试验,吹砂表面镀层,较未吹砂表面质量好。因此在不影响产品其他性能的同时,应增加吹砂工序保证良好的结合力。由图 3 及图 4 看出,材料在吹砂后表面未出现异常变化。试验表明,I 组细砂或 II 组混合砂对产品表面粗糙度影响不大,可以采用;而 III 组砂使产品粗糙度产生较大变化,不宜采用。

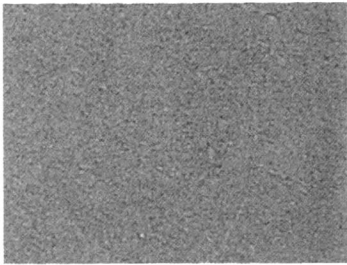


图 4 镀后的吹砂表面 50x

Fig.4 Sand-blasted surface after plating (50x)

### 3.4 钎焊试验

经过三个批次的焊接试验,共 32 件试板均满足焊接要求。

图 5 中上方为某牌号钢,下方为 TaW10R,钎缝宽度在 0.18~0.27mm 之间,可以看出,钎焊界面结合紧密,无气孔和裂纹等缺陷。钎焊缝满足设计要求。

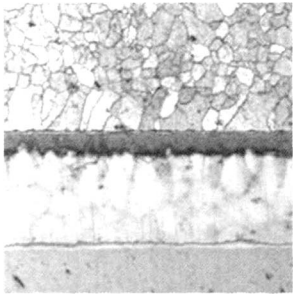


图 5 钎焊缝的 SEM 200x

Fig.5 SEM image of brazing weld (200x)

## 4 试验结果

(1) 选用钢件除油溶液进行化学除油 15~30min 或阳极除油 3min,基体表面状态均不发生变化,均可满足镀前除油要求。

(2) 选用高铬钢浸酸溶液可有效去除材料表面的氧化物或锈蚀物, 且对产品没有明显腐蚀。

(3) 镀覆前增加预镀铜或预镀镍工序, 均比直接镀暗镍的镀层结合强度好。从环保角度考虑, 宜采用预镀镍工序。

(4) 基体表面通过吹细砂 (I 组细砂或 II 组混合砂), 使表面充分粗化后, 镀层与基体结合强度可显著提高。

## 5 结论

(1) 经过试验, 确定的材料 TaW10 表面镀镍工艺流程为: 吹砂 (I 组细砂或 II 组混合砂)-化学除油 (15~30min)-浸酸-预镀镍-镀镍。

(2) 本工艺流程的产品经过了多次钎焊实践, 通过 SEM 观测钎焊缝完全合格。

## 参考文献:

- [1] 吴全兴. 钼及其合金的用途[J]. 稀有金属快报, 2002, 23(3): 24-25.
- [2] 张强, 张锐. 1J50 材料镀镍工艺研究 [J]. 涂装与电镀, 2008, 6(3): 39-41.
- [3] 李运刚, 翟玉春, 高玉红. 钢铁材料表面镀钨工艺研究 [J]. 材料保护, 2004, 37(7): 23-27.
- [4] 丁旭, 张德尧, 张廷杰. Ta-W 合金的密度分析 [J]. 中国钼业, 1997, 21(S): 34-36.
- [5] 周长虹, 王宗雄. 实用镀镍及镍合金工艺 [M]. 北京: 机械工业出版社, 2000.
- [6] 张允诚, 胡如南. 电镀手册(第二版)[M]. 北京: 国防工业出版社, 1997.
- [7] 王箴. 化工辞典 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2000.

(编辑: 马 杰)

(上接第 49 页)

从图 7 和图 8 可以看出: 当  $\tau_0/\tau_w=0$  时 (即  $\tau_0=0$ ) 时,  $f(\tau_0/\tau_w)=1$ ,  $f(\tau_0/\tau_w)^{-n}=1$ , 此时的体积流量和沿程压降与幂律流体相同; 随着  $\tau_0/\tau_w$  增大,  $f(\tau_0/\tau_w)$  逐渐减小,  $f(\tau_0/\tau_w)^{-n}$  逐渐增大, 即流量逐渐减小, 且压降逐渐增大; 当  $\tau_0/\tau_w=1$  时,  $f(\tau_0/\tau_w)=0$ ,  $f(\tau_0/\tau_w)^{-n}$  趋向于无穷大, 即流动停止。

## 3 结论

通过对屈服假塑性凝胶模拟液液流试验的流变特性分析, 以及屈服假塑性流体直圆管内流动特性的理论分析得出:

(1) 该屈服假塑性凝胶模拟液的流变特性参数为:  $\tau_0=51.36\text{Pa}$ , 稠度系数  $k=33.18\text{Pa}\cdot\text{s}^n$ , 流变指数  $n=0.304$ 。

(2) 从无量纲速度分布可以看出, 柱塞流动区半径随着屈服应力的增加而增加, 随着压力梯

度的增加而减小。

(3) 当流量保持不变时, 沿程压降随着屈服应力的增加而增加; 当压力梯度保持不变时, 流量随着屈服应力增加而减小。

## 参考文献:

- [1] Jens von Kampen, Klaus Madlener, Helmut K Ciezki. Characteristic Flow and Spray Properties of Gelled Fuels with Regard to the Impinging Jet Injector Type [R]. AIAA2006-4573.
- [2] 左博, 张蒙正. 凝胶推进剂直圆管中剪切速率与表观粘性实验研究[J]. 火箭推进, 2007, 33(4): 12-15.
- [3] 徐桂云, 张永忠, 李浴. 润滑脂在钢管中流动的壁滑移研究[J]. 中国矿业大学学报, 2003, 32(3): 241-246.
- [4] 杨伟东, 张蒙正. 凝胶推进剂模拟液直圆管流动特性初步研究[J]. 火箭推进, 2006, 32(3): 12-23.
- [5] 梁昌华, 张大鹏, 孙涛. 屈服幂律性流体管流流动及传热规律研究[J]. 管道技术与设备, 2004 (1): 4-15.

(编辑: 陈红霞)