

1997-05-28

## An Analysis on the Microstructure of Electrodeposited ZrO<sub>2</sub>/Ni Functionally Graded Materials

Chengjun Quan

Xinghua Xiang

Jingchuan Zhu

Zhongda Yin

---

### Recommended Citation

Chengjun Quan, Xinghua Xiang, Jingchuan Zhu, Zhongda Yin. An Analysis on the Microstructure of Electrodeposited ZrO<sub>2</sub>/Ni Functionally Graded Materials[J]. *Journal of Electrochemistry*, 1997, 3(2): Article 16.

DOI: 10.61558/2993-074X.3119

Available at: <https://jelectrochem.xmu.edu.cn/journal/vol3/iss2/16>

This Article is brought to you for free and open access by Journal of Electrochemistry. It has been accepted for inclusion in Journal of Electrochemistry by an authorized editor of Journal of Electrochemistry.

• 研究简报 •

# 电沉积 $ZrO_2-Ni$ 功能梯度材料的组织结构分析

全成军\* 向兴华 朱景川 尹钟大

(哈尔滨工业大学材料科学与工程学院 哈尔滨 150001)

航空航天技术的高速发展对材料的耐热性能提出了更苛刻的要求,传统的单一材料(如陶瓷、金属)和金属陶瓷复合材料已难以在超高温和大温度落差环境中使用。为此,人们提出了功能梯度材料(FGM)这一全新的概念<sup>[1]</sup>,其成份沿厚度方向呈连续梯度变化,缓和了因温度落差引起的热应力,在航空航天领域具有广泛的应用前景,因此近年来功能梯度材料已成为人们的研究焦点。

功能梯度材料的成型工艺主要有相分布控制技术和粒子排列技术两大类<sup>[2,3]</sup>,其中电沉积法因其工艺设备简单、操作方便、成型压力和温度低、精度易控制、生产成本低廉等显著优点而备受材料研究者的关注<sup>[4]</sup>。因此,研究电沉积法制备功能梯度材料具有重要的意义。本文采用电沉积法制备了  $ZrO_2-Ni$  功能梯度材料,并对其组织结构进行了分析。

## 1 实验方法

采用电解镍作为阳极,在  $A_3$  冷轧钢板上先预镀  $20\ \mu m$  厚的镍,再利用板泵搅拌复合电沉积技术,制备了厚度为  $100\ \mu m$  的  $ZrO_2-Ni$  梯度镀层。镀液中  $ZrO_2$  从  $0\ g/L$  连续递增至  $140\ g/L$ ,其工艺条件为:  $Ni(SO_4 \cdot NH_2)_2 \cdot 4H_2O$ :  $580\ g/L$ ,  $H_3BO_3$ :  $25\ g/L$ ,  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ :  $30\ g/L$ , 糖精:  $0.5\ g/L$ ,  $pH=4$ , 温度  $40^\circ C$ , 阴极电流密度:  $3.4\ A/dm^2$ , 搅拌强度(板泵):  $41\ 次/分$ 。

将梯度镀层截面制成金相试样,进行电子探针分析(EPMA),考察镀层成份沿厚度方向的分布。对  $ZrO_2-Ni$  梯度镀层试样进行 X-射线衍射分析(XRD),考察其相组成。采用下列公式计算梯度镀层中  $ZrO_2$  组成相的含量<sup>[5]</sup>:

$$V_m = [I_m(11\bar{1}) + I_m(111)] / [I_m(111) + I_m(11\bar{1}) + I_t(111)] \times 100\% \quad (1)$$

$$V_t = 1 - V_m \quad (2)$$

式中  $I_m(11\bar{1})$ 、 $I_m(111)$ 、 $I_t(111)$  分别为  $m$  相  $(11\bar{1})$  峰、 $m$  相  $(111)$  峰和  $t$  相  $(111)$  峰的相对强度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 $ZrO_2-Ni$ 梯度镀层的成份分布

在电沉积法制备  $ZrO_2-Ni$  梯度镀层的工艺中,镀液中  $ZrO_2$  的浓度、搅拌强度和阴极电流

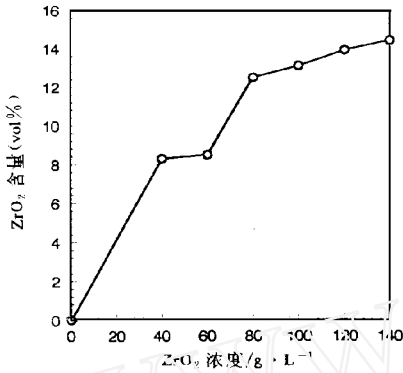


图1 镀液中ZrO<sub>2</sub>浓度对镀层中ZrO<sub>2</sub>含量的影响  
Fig 1 Effects of ZrO<sub>2</sub> concentration in the bath on ZrO<sub>2</sub> content in the composite coating

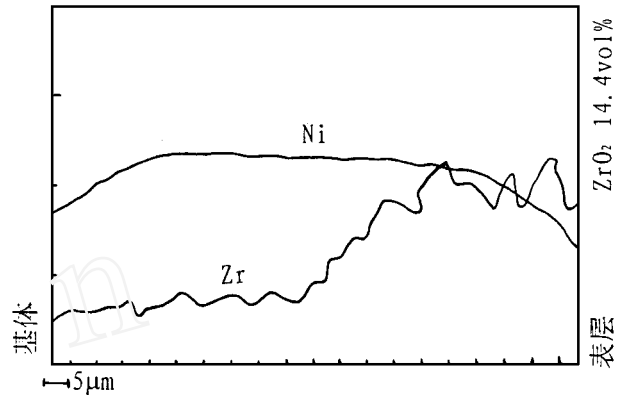


图2 电沉积ZrO<sub>2</sub>-Ni梯度镀层的EPMA曲线  
Fig 2 Compositional distribution of electrodeposited ZrO<sub>2</sub>-Ni functionally graded coating

密度是主要影响因素。采用控制镀液中ZrO<sub>2</sub>的浓度的方法可以获得梯度分布较好的镀层。图1为镀液中ZrO<sub>2</sub>的浓度对复合镀层中ZrO<sub>2</sub>含量的影响。可见随镀液中ZrO<sub>2</sub>的浓度增加,镀层中ZrO<sub>2</sub>的含量相应提高。

图2为采用控制镀液中ZrO<sub>2</sub>浓度的方法制备的ZrO<sub>2</sub>-Ni梯度镀层截面方向上的电子探针线扫描分析结果。由图可见,从基体到镀层表面,ZrO<sub>2</sub>的含量呈连续递增分布,在镀层表面ZrO<sub>2</sub>的含量可达14.4 vol%,其含量大小受工艺参数的影响。以上分析表明采用电沉积法制备梯度材料是可行的。

### 2.2 ZrO<sub>2</sub>-Ni梯度镀层的相组成

图3分别为原始ZrO<sub>2</sub>粉末和电解镍的XRD图。由图3a可见,原始ZrO<sub>2</sub>粉末由t相和m相组成,m相的含量约为46 vol%,t相约为54 vol%。图4为ZrO<sub>2</sub>-Ni梯度镀层表面的XRD图,可见表面层由t-ZrO<sub>2</sub>、m-ZrO<sub>2</sub>和金属Ni组成,并无新相生

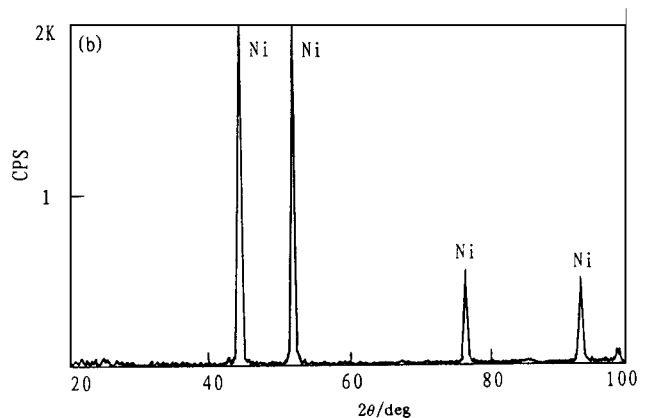
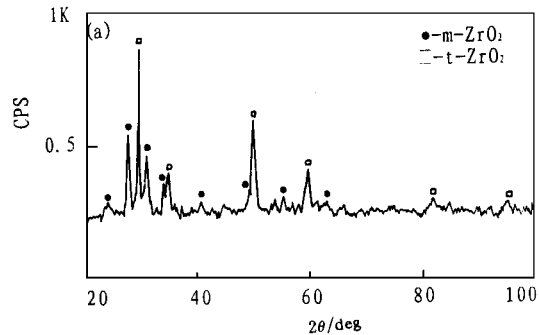


图3 原始ZrO<sub>2</sub>粉末和电解镍的XRD图  
Fig 3 Results of X-Ray Diffraction of ZrO<sub>2</sub> powders and electrolysed Nickel  
(a) ZrO<sub>2</sub> powders, (b) electrolysed Nickel

成 这表明电沉积法制备 FGM 时, 由于试验温度和压力较低,  $ZrO_2$  和  $Ni$  之间未发生相互作用 将图4在  $2\theta=27^\circ-32^\circ$  间进行放大处理, 如图5所示 经计算发现, 镀层中  $t, m$  相的含量分别为: 31.7 vol%、68.3 vol%. 与原始  $ZrO_2$  粉末相比, 镀层中  $m$  相的含量增加,  $t$  相  $ZrO_2$  含量降低 这说明  $ZrO_2$  发生了  $t \rightarrow m$  相变, 这是由于在电沉积过程中,  $ZrO_2$  粒子受到  $Ni$  原子的挤压作用, 在外加应力作用下,  $t$  相  $ZrO_2$  转变为  $m$  相<sup>[6]</sup>.

### 3 结 论

1) 采用控制镀液中  $ZrO_2$  浓度的方法制备的  $ZrO_2-Ni$  梯度镀层具有较好的成份梯度分布 从基体到镀层表面,  $ZrO_2$  的含量呈连续递增分布, 在镀层表面  $ZrO_2$  的含量可达 14.4 vol%.

2)  $ZrO_2-Ni$  梯度镀层由  $t-ZrO_2, m-ZrO_2$  和  $Ni$  组成 在电沉积过程中,  $ZrO_2$  和  $Ni$  之间未发生相互作用,  $ZrO_2$  粒子受到  $Ni$  原子的挤压作用, 在外加应力作用下, 发生了  $t \rightarrow m$  相变

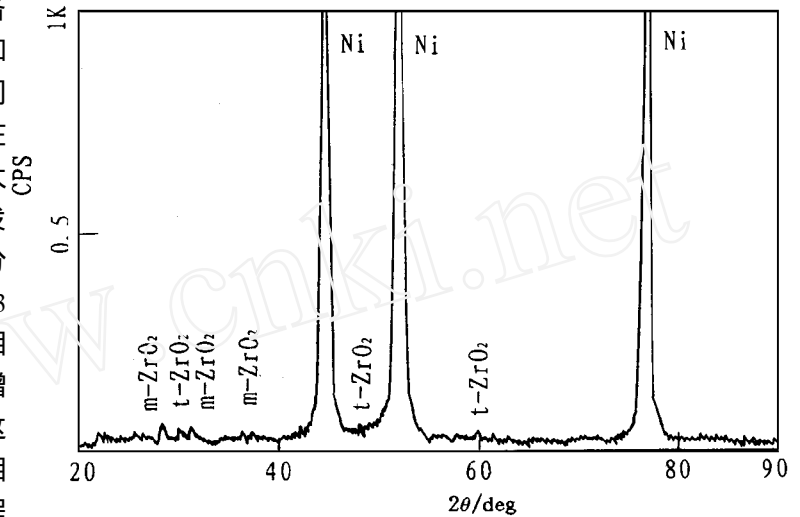


图4 梯度镀层表面的 XRD 图

Fig. 4 Results of X-Ray Diffraction of surface layer of  $ZrO_2-Ni$  functionally graded coating

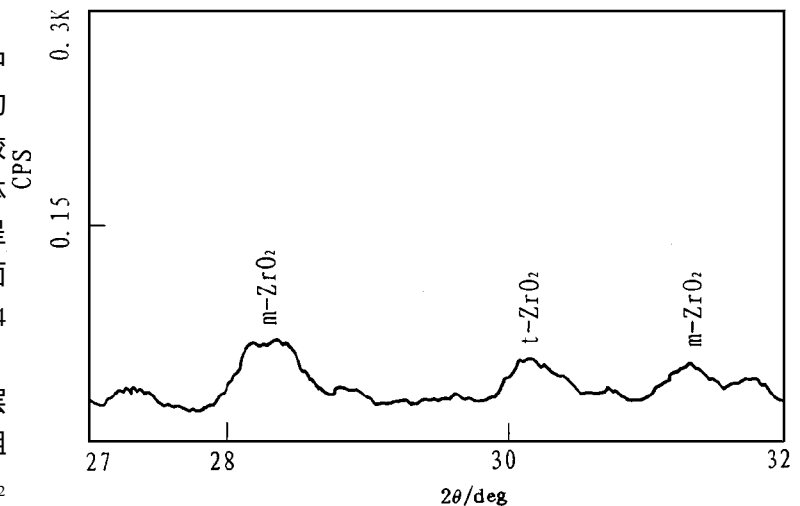


图5 图4的 $27^\circ-32^\circ$ 区间的 XRD 放大图

Fig. 5 Magnified result of X-Ray Diffraction within the range of  $27^\circ-32^\circ$  of surface layer of  $ZrO_2-Ni$  functionally graded coating

# An Analysis on the Microstructure of Electrodeposited $ZrO_2$ -Ni Functionally Graded Materials

Quan Chengjun\*    Xiang Xinghua    Zhu Jingchuan    Yin Zhongda

(School of Materials Sci. and Engr., Harbin Inst. of Tech., Harbin 150001)

**Abstract** The electrodeposited  $ZrO_2$ -Ni functionally graded coating was fabricated by controlling the  $ZrO_2$  concentration in the bath, and the microstructure was analyzed by X-Ray Diffraction (XRD) and Electron Probe Microanalysis (EPMA). The results show that the functionally graded coating has excellent compositional gradient distribution from the substrate to the surface. The content of  $ZrO_2$  is up to 14.4 vol% in the surface layer and the coating consists of the t- $ZrO_2$ , m- $ZrO_2$  and Ni phases. Owing to the  $ZrO_2$  particles pressed by Ni atoms during electrodepositing, t-m transformation has occurred.

**Key words** Electrodeposit, Functionally graded materials, Microstructure, Nickel,  $ZrO_2$

## References

- 1 唐新峰, 张联盟, 袁润章. 材料科学与工程, 1993, 11(1): 31~ 37
- 2 黄光家. 材料导报, 1990(6): 16
- 3 马述翊. 宇航材料工艺, 1994(4): 55~ 57
- 4 Matsumura S, Yoshikawa I, Okada M. *Ceramic Transactions*, 1993(34): 331~ 338
- 5 Lange F F. *J. Mater. Sci.*, 1982(17): 225
- 6 戴祖荣, 李保成, 吴厚政. 金属学报, 1991, 27(3): A 246