

# 纳米 SiO<sub>2</sub> 对 Ni-W-P 镀层耐高温高压 腐蚀性能的影响

胡静<sup>1</sup>, 王斌<sup>1,2</sup>, 胡金铜<sup>3</sup>, 徐颖超<sup>1</sup>, 蒲德林<sup>1</sup>, 周楞<sup>1</sup>

(1.西南石油大学 材料科学与工程学院, 成都 610500;

2.四川省焊接工程技术研究中心, 成都 610500; 3.大港油田石油工程研究院, 天津 300280)

**摘要:** **目的** 提高金属材料在高温、高压、高氯离子腐蚀环境下的耐蚀性。**方法** 采用化学镀法在 L245 表面制备 Ni-W-P 镀层和 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层, 利用 X 射线衍射仪 (XRD)、扫描电镜 (SEM)、显微硬度仪及贴滤纸法对镀层结构、形貌、硬度及孔隙率进行表征。采用高温高压腐蚀模拟现场工况进行 72 h 均匀腐蚀试验, 设置温度为 150 °C、压力为 35 MPa, 利用失重法计算腐蚀速率。**结果** Ni-W-P 镀层和 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层均为非晶态结构, 扫描电镜形貌观察表明三种镀层表面均为胞状组织, 吸附在基体表面的纳米二氧化硅作为形核核心, 使 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的组织更细小。添加纳米二氧化硅的复合镀层的孔隙率从添加前的 1.24 减小到 0.83。磁力搅拌和超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的硬度分别为 491.6HV 和 421.7HV, 较 Ni-W-P 镀层的 384.5HV 分别增加了 107.1 和 37.2HV; 磁力搅拌及超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的腐蚀速率分别为 0.0552 mm/a 和 0.0371 mm/a, 是 Ni-W-P 镀层腐蚀速率 (0.1075 mm/a) 的 1/2 和 1/3。腐蚀后表面成分分析表明, 超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的表面腐蚀产物为 Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub>, 能有效保护基体。**结论** 超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的耐蚀性相比 Ni-W-P 镀层显著提高。

**关键词:** Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层; Ni-W-P 镀层; 超声辅助; 高温高压; 高氯离子; 腐蚀速率

**中图分类号:** TG153 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2018)06-0068-07

**DOI:** 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2018.06.011

## Effect of nSiO<sub>2</sub> on Corrosion Resistance of Ni-W-P Coating in High Temperature and High Pressure Environment

HU Jing<sup>1</sup>, WANG Bin<sup>1,2</sup>, HU Jin-tong<sup>3</sup>, XU Ying-chao<sup>1</sup>, PU De-lin<sup>1</sup>, ZHOU Luo<sup>1</sup>

(1.School of Material Science and Engineering, Southwest Petroleum University, Chengdu 610500, China; 2.Sichuan Provincial Research Center of Welding Engineering Technology, Chengdu 610500, China; 3.Petroleum Engineering Research Institute of Dagang Oilfield, Tianjin 300280, China)

**ABSTRACT:** The work aims to improve corrosion resistance of metal materials in high temperature, high pressure and high chloride corrosion environment. Ni-W-P alloy coating and Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings were prepared on L245 steel by chemical plating. Structure, morphology, hardness and porosity of the coatings were characterized with X ray diffractometer

收稿日期: 2017-10-11; 修订日期: 2018-01-15

Received: 2017-10-11; Revised: 2018-01-15

基金项目: 四川省高校油气田材料重点实验室开放基金资助 (X151517KCL24)

Fund: Supported by the Sichuan Provincial University Key Laboratory of Oil and Gas Field Materials (X151517KCL24)

作者简介: 胡静 (1994—), 女, 研究生, 主要研究方向金属材料腐蚀与防护。

Biography: HU Jing (1994—), Female, Master, Research focus: metal corrosion and protection.

通讯作者: 王斌 (1965—), 男, 博士, 高级工程师, 主要研究方向金属材料焊接及腐蚀防护。

Corresponding author: WANG Bin (1965—), Male, Ph. D., Senior engineer, Research focus: welding and corrosion protection of metal materials.

(XRD), scanning electron microscope (SEM), microhardness tester and in filter paper method. 72 h uniform corrosion tests were carried out by simulating field conditions in a high temperature autoclave at 150 °C, 35 MPa, and corrosion rate was calculated in weight loss method. The Ni-W-P coating and Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings were all amorphous structures. SEM observation showed that the surface of the three coatings were cellular, and the nano silica adsorbed on the surface of the substrate make the microstructure of Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coating smaller as a nucleation core. Porosity of the composite coatings containing nSiO<sub>2</sub> decreased from 1.24 to 0.83. Hardness of magnetic stirring and ultrasound-assisted Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings was 491.6HV and 421.7HV, respectively, which was 107.1HV and 37.2HV higher than that of Ni-W-P coating (384.5HV), respectively. The corrosion rates of magnetic stirring and ultrasonic assisted Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings were 0.0552 mm/a and 0.0371 mm/a respectively, 1/2 and 1/3 of 0.1075 mm/a of Ni-W-P coating. Surface composition analysis after corrosion indicated that the surface corrosion product of ultrasonic-assisted Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings was Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub> film, which could effectively protect the substrate. Compared with Ni-W-P alloy coating, the corrosion resistance of ultrasound-assisted Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings is obviously improved.

**KEY WORDS:** Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings; Ni-W-P coating; ultrasonic assisted; high temperature high pressure; high chloridion; corrosion rate

化学镀镍 (EN) 具有高硬度、耐蚀耐磨性及优异的电磁性能, 广泛应用于化学化工、机械、汽车、电子以及航空航天等领域。化学镀层也从二元合金迅速发展多元镀层。随着社会进一步发展, 对材料耐蚀性也提出了更高的要求。因此, 在合金化学镀层中添加纳米颗粒来提高镀层性能引起了研究者的广泛关注<sup>[1-2]</sup>。在普通镀液中加入纳米固体颗粒, 搅拌状态下, 可使纳米粒子与基质金属共沉积得到复合镀层。目前, 在镍基镀层中添加的不溶性颗粒主要有 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、WS<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>、SiC、SiO<sub>2</sub>、TiC、TiO<sub>2</sub>、TiN 和金刚石颗粒, 其能显著提高镀层的耐蚀耐磨性<sup>[3-8]</sup>。张冠军等人<sup>[9]</sup>在二元镀层中添加了 SiC、SiO<sub>2</sub>、WC 和 PTFE 等不溶性粒子, 使镀层硬度、耐磨性、耐蚀性和自润滑性得到提高, 表明三元化学镀层与化学复合镀层的力学和耐蚀性能明显优于二元化学镀层, 但只是采用电化学手段对镀层耐蚀性进行评估。A. Sadeghzadeh-Attar<sup>[10]</sup>研究了 Ni-P-SiO<sub>2</sub> 纳米复合镀层的摩擦磨损行为, SiO<sub>2</sub> 的加入极大提高了镀层的耐磨性。陈焕铭等人<sup>[11]</sup>研究了 Ni-W-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 镀层间的结合力, 表明 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒共沉积有利于提高镀层和基体的结合强度。但对 Ni-W-P-纳米 SiO<sub>2</sub> 复合镀层在模拟实际工况, 尤其是高温、高压、高氯离子腐蚀环境下的耐蚀性能研究较少。本文制备了 Ni-W-P 镀层及 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层, 研究纳米二氧化硅对镀层耐高温高压腐蚀性能的影响, 并对比分析采用磁力搅拌和超声辅助两种镀液分散方式对镀层性能的影响。

## 1 试验方法

### 1.1 基材处理

基体材料为 L245 钢, 其化学成分 (以质量分数计) 为: 0.135% C, 0.350% Si, 1.350% Mn, 0.007%

S, 0.015% P, Fe 余量。用线切割加工方式制备出尺寸为 25 mm×10 mm×2 mm 的基材试样, 尺寸示意图如图 1 所示。

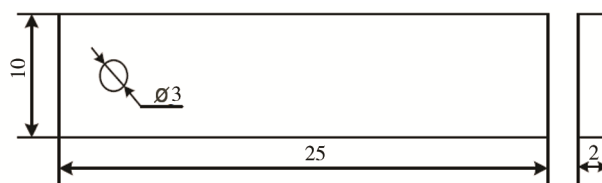


图 1 化学镀基材尺寸示意图

Fig.1 Schematic diagram of electroless plating substrate size

施镀前, 对试样进行预处理, 过程为: 依次在 400 目、800 目、1500 目、2000 目的砂纸上打磨、抛光; 丙酮除油; 在 30 g/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液中煮沸 2 min 进行碱洗除油; 将试样放入 15% (质量分数) 的盐酸溶液中浸泡进行酸性除锈, 直至表面产生大量气泡, 取出并用蒸馏水洗净; 将试样放入 5% (质量分数) 的稀硫酸中进行酸洗活化处理, 可观察到表面产生大量气泡, 待气泡均匀连续时取出试样, 用去离子水冲洗, 并即刻转入镀液中。

### 1.2 化学镀 Ni-W-P 镀层及 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层

化学复合镀液成分如表 1 所示, 其中硫酸镍和钨酸钠作为主盐提供金属离子, 次亚磷酸钠作为还原剂, 柠檬酸钠作为络合剂以减少游离阳离子, 硫酸铵为缓冲剂调节 pH, 选用硫脲作为稳定剂, 十二烷基硫酸钠为表面活性剂。纳米二氧化硅颗粒为阿拉丁厂家提供, 平均颗粒尺寸为 10~70 nm。在制备 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的过程中, 纳米颗粒需超声分散 15 min, 而后立即放入镀液中进行共沉积。试验过程温度设为 85 °C, pH 值维持在 9 左右, 施镀 2 h 后

取出、水洗、干燥。化学复合镀试验采用两种试验装置对镀液进行分散,一种是磁力搅拌分散装置,另一种是超声辅助分散装置。

表 1 化学镀液成分  
Tab.1 Composition of electroless plating solution

镀液成分	质量浓度/(g·L <sup>-1</sup> )
柠檬酸钠Na <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub> ·2H <sub>2</sub> O	60
硫酸镍NiSO <sub>4</sub> ·6H <sub>2</sub> O	30
钨酸钠Na <sub>2</sub> WO <sub>4</sub> ·2H <sub>2</sub> O	40
次亚磷酸钠NaH <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O	18
乳酸C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>	14
糖精C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> SO <sub>2</sub> NNaCO	4
硫酸铵 (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	25
硫脲 CS(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>	0.0002
十二烷基硫酸钠 C <sub>12</sub> H <sub>25</sub> NaSO <sub>4</sub>	0.5

### 1.3 镀层结构及形貌表征

利用 DX-2700 型 X 射线衍射仪 (XRD)、DMIE200M 型金相显微镜和 ZEISS EVO MA15 扫描电子显微镜 (SEM) 对 Ni-W-P 镀层及 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层进行物相、形貌分析。采用 HXD-2000TM/LCD 型显微硬度仪对化学镀层进行硬度测量,设置加载力为 300 g,加载时间为 15 s,随机在试样表面取 6 个点测试,取平均值。根据 GB/T 17721—1999<sup>[12]</sup>,采用贴滤纸法对制备好的化学镀层进行孔隙率测定。

### 1.4 高温高压腐蚀试验

根据 JB/T 7901—2001《金属材料实验室均匀腐蚀全浸试验方法》<sup>[13]</sup>,采用模拟油田地层水(高 Cl<sup>-</sup>)作为腐蚀溶液,成分如表 2 所示。将镀层试样置于高温高压釜中,设置温度为 150 ℃,压力为 35 MPa。72 h 后取出试样,清洗、干燥、称量。每组三个平行试样,利用失重法计算平均腐蚀速率,见式(1)。结合 SEM、EDS 和 XRD 分析腐蚀产物膜的微观形貌组成。

$$R=8.76 \times 10^7 \times (m_0 - m_1) / (S \times t \times \rho) \quad (1)$$

式中:  $R$  为均匀腐蚀速率 (mm/a);  $m_0$  为腐蚀前试片的质量 (g);  $m_1$  为经过一定时间的腐蚀并除去表面腐蚀产物后试片的质量 (g);  $S$  为试件暴露在腐蚀环境中的总表面积 (cm<sup>2</sup>);  $t$  为试件腐蚀的时间 (h);  $\rho$  为试样密度 (kg/cm<sup>3</sup>)。

表 2 腐蚀介质成分组成  
Tab.2 Composition of corrosive medium

NaCl	KCl	CaCl <sub>2</sub>	MgCl <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> S
23.20	7.40	2.20	0.28	0.47	0.84	0.12

## 2 结果与讨论

### 2.1 表面结构及形貌分析

由图 2 可知, Ni-W-P 镀层及 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的 XRD 图谱相似,在  $2\theta=45^\circ$  左右处呈现一个坩峰,这是典型的非晶态特征。非晶态结构不存在晶体缺陷,许多非晶态合金表现出非常好的耐腐蚀性能,大部分非晶态合金具有很高的强度和耐蚀耐磨性等<sup>[14]</sup>。

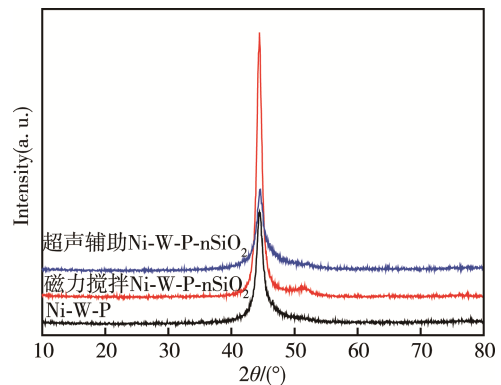


图 2 Ni-W-P 镀层和 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的 XRD 图谱  
Fig.2 XRD spectra of Ni-W-P coating and Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings

图 3 为 Ni-W-P、磁力搅拌 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 及超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 镀层表面 SEM 形貌。可看出三种镀层的表面结构相似,成连续胞状,彼此紧密堆积。施镀初期,溶液中的离子首先在被活化的金属表面沉积,之后以此作为组织生长的基础迅速铺展,形成一个个镀层组织区域,当相邻两区域互相接触生长时便形成交叠致密的胞状形貌,此层镀层具备的催化活性为下一层镀层形成提供能量条件,镀层便一层一层地交错生长变厚直至试验结束<sup>[15]</sup>。相比 Ni-W-P 镀层,添加纳米 SiO<sub>2</sub> 的复合镀层的 SEM 形貌中出现细小弥散的球状颗粒,镀层更加致密。施镀过程中以纳米 SiO<sub>2</sub> 为形核核心,镀液离子包覆在颗粒表面长大并沉积在基体表面,这有效地细化了组织<sup>[16]</sup>。

### 2.2 硬度试验

图 4 为显微硬度试验结果,相比基体材料,镀层硬度显著增加,且添加纳米二氧化硅颗粒的复合镀层的硬度进一步提高。但超声辅助复合镀层的显微硬度比磁力搅拌施镀得到的镀层硬度低,这与王飙得到的超声场下制备的纳米复合镀层显微硬度和沉积速率均有所降低的试验结果相符<sup>[17]</sup>。

### 2.3 镀层孔隙率分析

根据 GB/T 17721—1999,孔隙率用  $\eta=n/s$  公式表征,其中  $n$  为试纸上蓝色斑痕的数量,  $s$  为试样被测表面积 (cm<sup>2</sup>)。结果如表 3 所示,可见 Ni-W-P 镀层和 Ni-W-P-SiO<sub>2</sub> 复合镀层均出现孔隙,但孔隙率较小。Ni-W-P-SiO<sub>2</sub> 复合镀层相对于 Ni-W-P 镀层,孔隙率更低。

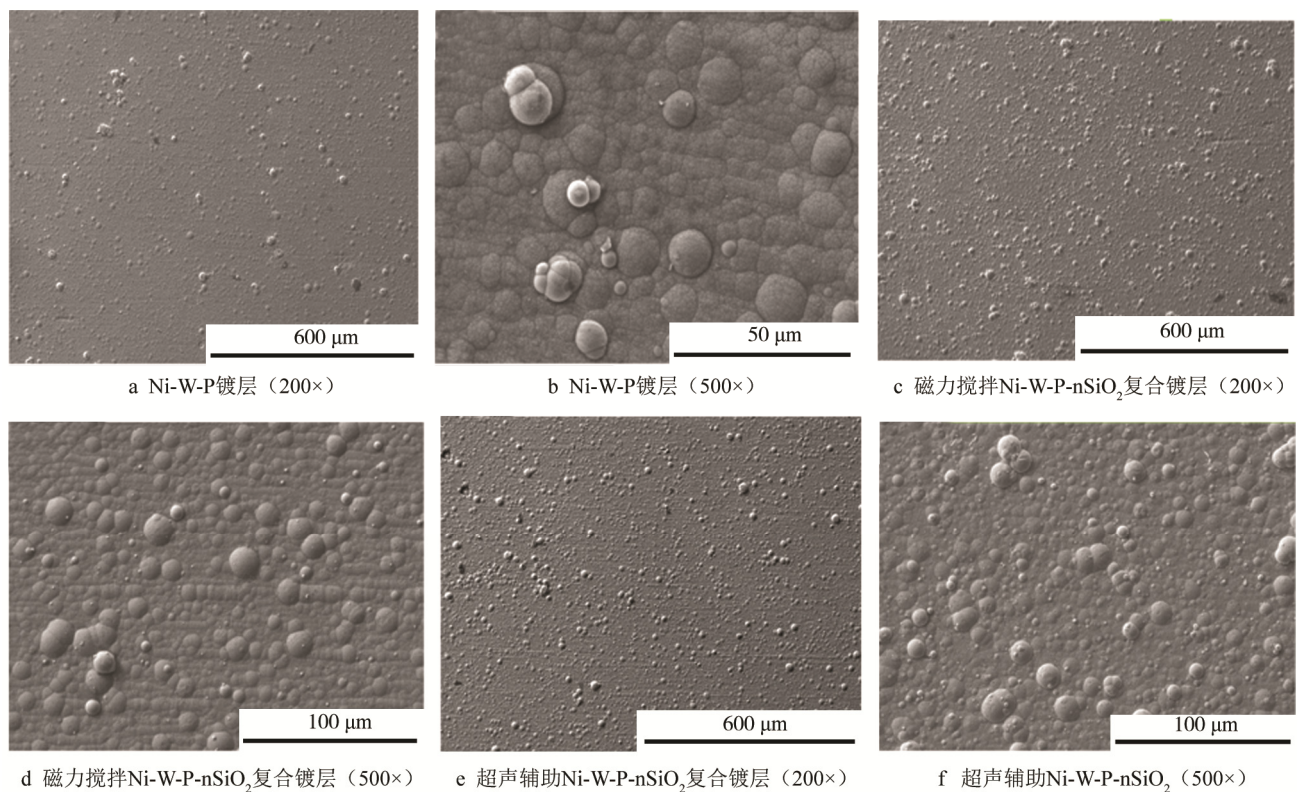


图 3 不同镀层表面 SEM 形貌

Fig.3 SEM micrographs of different plating surfaces: a) Ni-W-P coating (200×); b) Ni-W-P coating (500×); c) magnetic stirring Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings (200×); d) magnetic stirring Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings (500×); e) ultrasonic assisted Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings (200×); f) ultrasonic assisted Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings (500×)

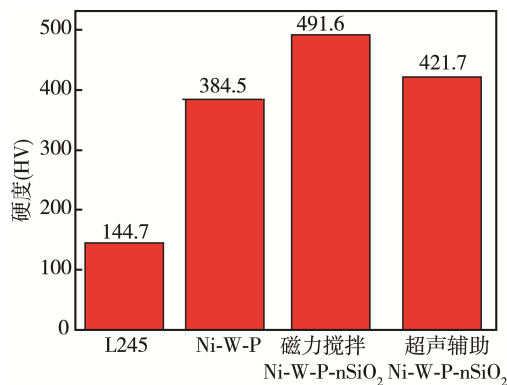


图 4 不同镀层及基体硬度

Fig.4 Hardness of different coatings and substrate

表 3 不同镀层孔隙率  
Tab.3 Porosity of different coatings

试样	被测表面积/ cm <sup>2</sup>	孔隙数量 (个)	孔隙率η
Ni-W-P镀层	2.411	3	1.24
磁力搅拌 Ni-W-P-nSiO <sub>2</sub> 镀层	2.401	2	0.83
超声辅助 Ni-W-P-nSiO <sub>2</sub> 镀层	2.408	2	0.83

## 2.4 高温高压腐蚀行为

在 35 MPa、150 °C 的腐蚀环境中进行 72 h 均匀腐蚀试验后，利用失重法获得镀层的腐蚀速率如图 5 所示，可见磁力搅拌及超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的腐蚀速率分别为 0.0552 mm/a 和 0.0371 mm/a，是 Ni-W-P 镀层（0.1075 mm/a）的 1/2 和 1/3，添加纳米 SiO<sub>2</sub> 颗粒的复合镀层的耐蚀性能大大提高。这是由于纳米粒子具有细化晶粒及弥散强化的效果所致。此外，且超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的腐

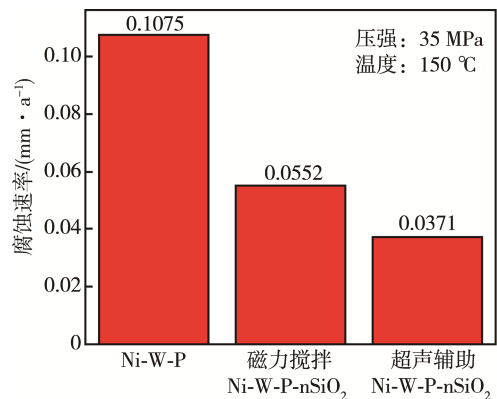


图 5 不同镀层的腐蚀速率

Fig.5 Corrosion rate of different coatings

蚀速率最低,为 0.0371 mm/a,耐蚀性最好。在超声辅助分散的作用下,超声空化作用加速镀液中空泡的生成、扩大和破灭,产生瞬间高温高压,增强分子碰撞活化分子数目,增加形核核心,细化晶粒,镀层表面弥散分布的纳米粒子可以阻挡腐蚀介质的入侵<sup>[15]</sup>。

## 2.5 镀层腐蚀产物形貌分析

在高温高压釜中浸泡腐蚀 72 h 后,镀层表面有局部腐蚀及脱落现象,且 Ni-W-P 镀层边缘腐蚀较严重,如图 6 所示。图 7 为体式显微镜下观察超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层腐蚀后的表面形貌,可见镀层腐蚀前呈球形胞状的颗粒团聚生长,腐蚀后镀层表面聚集的颗粒团形状逐渐破裂,且在局部腐蚀区域出现微裂纹,表面凸起结构物的数量和体积减少,但仍有大量胞状颗粒存在,结合硬度测试结果可知其硬度仍达 400HV,这表明镀层未剥离且与基体结合较好。

进一步利用扫描电镜 (SEM/EDS) 分析腐蚀形貌及元素组成。图 8 为超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合

镀层局部腐蚀剥落交界区域的线扫描分析结果,可知由剥落区域到未剥落区域,S 元素急剧增多,P 和 O 元素减少,其余元素 (Ni、Fe、W、Si) 含量基本不变,且 Fe 含量很少,可见镀层能有效保护基体。剥离区域的点分析显示,其主要由 Ni、W、P、S、O 元素组成,在剥落区的腐蚀坑内仍存在较高含量的 S 元素 (5%),表明剥落的腐蚀产物为 S 形成的化合物,S 元素由腐蚀性介质中的硫化物提供。

对腐蚀后的镀层表面进行 XRD 分析,如图 9 所示,可知在 150 °C 的腐蚀条件下,非晶态衍射峰逐渐晶化,在 2 $\theta$  为 30°、40°、51°、55° 时出现晶体衍射峰,对应标准图谱为腐蚀产物 Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub> (111) 晶面,但未出现含 Fe 化合物的衍射峰,表明基体未暴露。在高温、高压、高 Cl<sup>-</sup> 浓度及硫化物的共同作用下诱导腐蚀,使镀层表面发生均匀腐蚀生成 Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub> 腐蚀产物,可有效保护基体。由于镀层孔隙的存在,腐蚀介质进入孔隙造成局部腐蚀,形成腐蚀坑,高温下导致腐蚀产物起泡剥落。但整体腐蚀速率较小,且复合镀层能大大提高镀层的耐高温、高压、高氯离子的腐蚀性能。

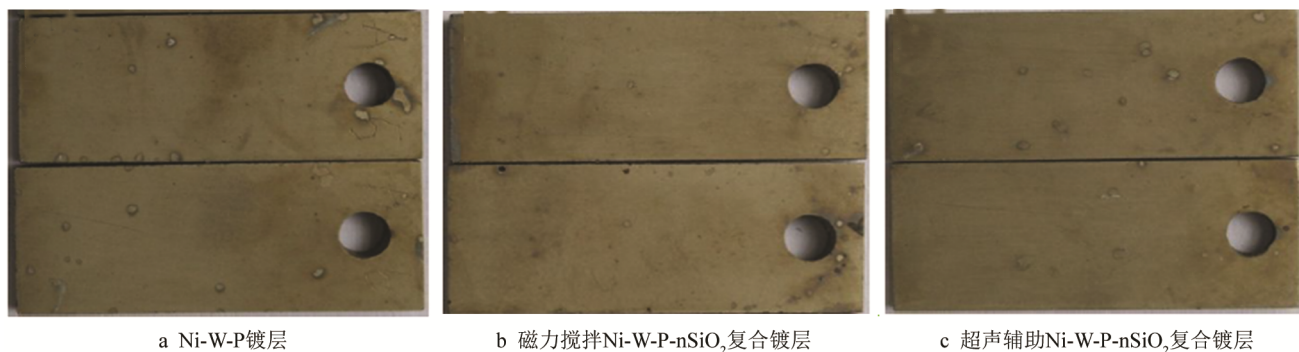


图 6 腐蚀后不同镀层表面宏观形貌

Fig.6 Macro-surface morphology of different coatings after corrosion: a) Ni-W-P coating; b) magnetic stirring Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings; c) ultrasound-assisted Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings

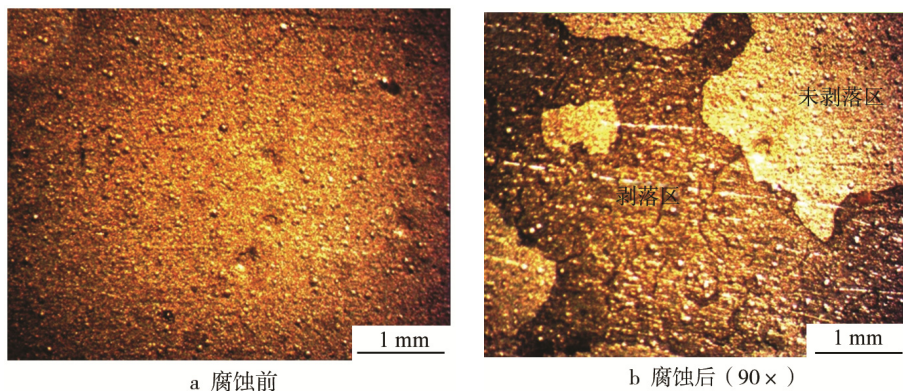


图 7 超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层体式显微镜形貌

Fig.7 SEM morphology of ultrasound-assisted Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings: a) before corrosion; b) after corrosion (90 $\times$ )

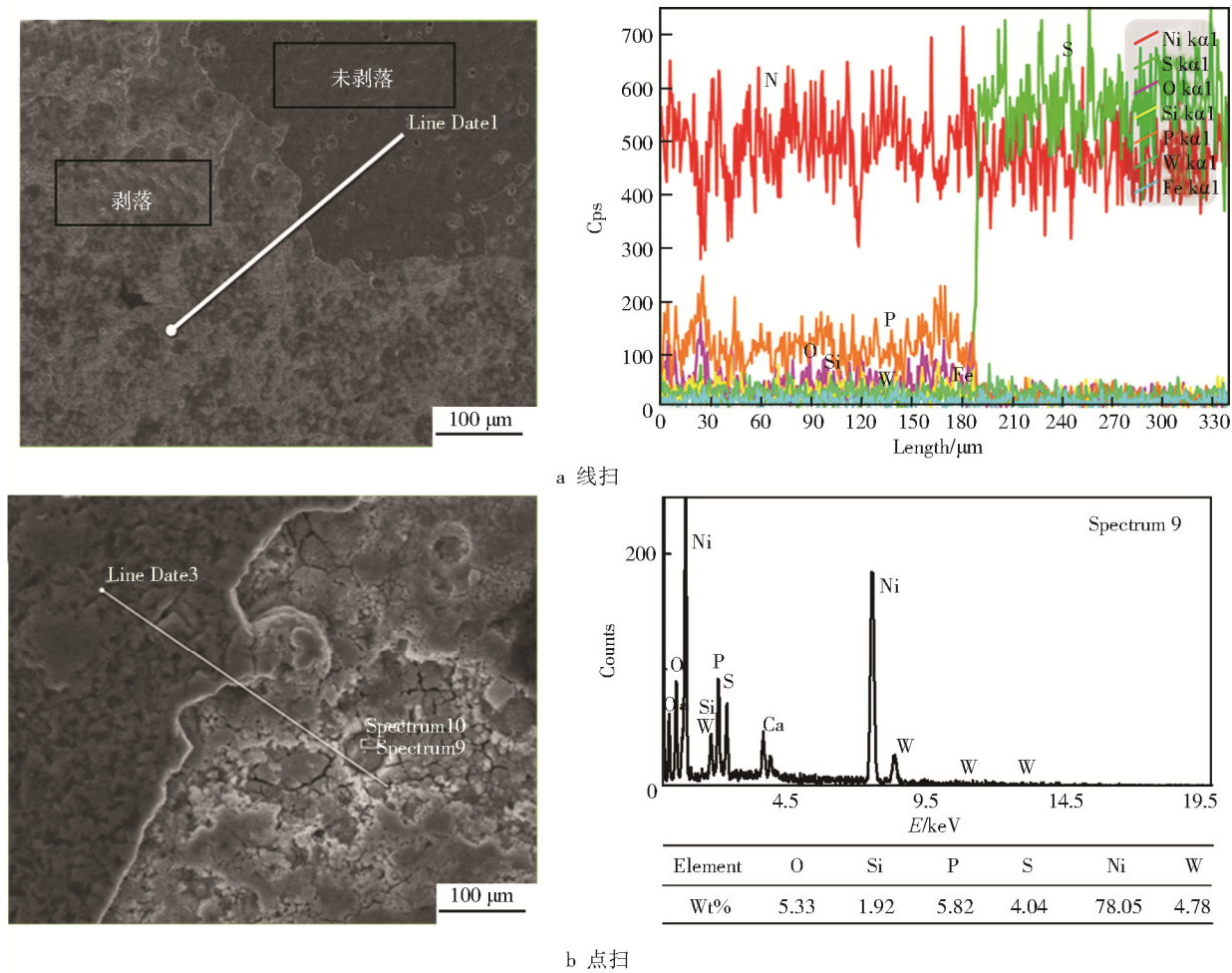


图 8 超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层腐蚀后表面成分分析  
Fig.8 Surface composition analysis of corroded ultrasound-assisted Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> composite coatings:  
a) line scanning; b) spot scanning

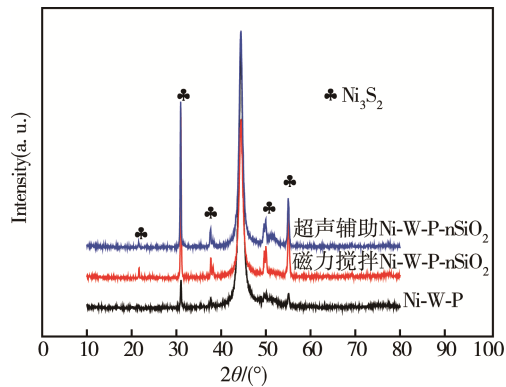


图 9 腐蚀后不同镀层表面 XRD 图谱  
Fig.9 XRD patterns of different corroded coatings

3 结论

1)Ni-W-P 镀层及 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层均为非晶态结构，且添加纳米 SiO<sub>2</sub> 颗粒能细化胞状组织，提高涂层的硬度。Ni-W-P 合金涂层的硬度为 384.5 HV，磁力搅拌和超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的硬度分别为 491.6HV 和 421.7HV，孔隙率从 1.24 减

小到 0.83。  
2) 在 150 ℃、35 MPa 和高氯离子浓度介质下的腐蚀试验表明，Ni-W-P 镀层、磁力搅拌 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层和超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的腐蚀速率分别为 0.1075、0.0552 和 0.0371 mm/a，纳米 SiO<sub>2</sub> 颗粒的添加可使复合镀层的耐蚀性能大大提高。腐蚀后表面成分分析表明，超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的表面腐蚀产物为 Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub>，能有效保护基体，增强耐蚀性。  
3) 本试验条件下，超声辅助 Ni-W-P-nSiO<sub>2</sub> 复合镀层的耐蚀性最好，腐蚀速率最低为 0.0371 mm/a。

参考文献：

[1] WALSH F C, LEON C P D. A Review of the Electrodeposition of Metal Matrix Composite Coatings by Inclusion of Particles in a Metal Layer: An Established and Diversifying Technology[J]. Transactions of the Institute of Metal Finishing, 2014, 92(2): 83-98.  
[2] ISLAM M, AZHAR M R, FREDJ N, et al. Influence of

- SiO<sub>2</sub>, Nanoparticles on Hardness and Corrosion Resistance of Electroless Ni-P Coatings[J]. Surface & Coatings Technology, 2015, 261: 141-148.
- [3] ISLAM M, AAHAR M R, KHALID Y, et al. Electroless Ni-P/SiC Nanocomposite Coatings with Small Amounts of SiC Nanoparticles for Superior Corrosion Resistance and Hardness[J]. Journal of Materials Engineering & Performance, 2015, 24(12): 1-9.
- [4] RANGANATHA S, VENKATESHA T V, VATHSALA K. Development of Electroless Ni-Zn-P/Nano-TiO<sub>2</sub>, Composite Coatings and Their Properties[J]. Applied Surface Science, 2010, 256(24): 7377-7383.
- [5] DONG D, CHEN X H, XIAO W T, et al. Preparation and Properties of Electroless Ni-P-SiO<sub>2</sub> Composite Coatings[J]. Applied Surface Science, 2009, 255(15): 7051-7055.
- [6] 户志宇, 郑涛, 张磊. 镍-磷-纳米二氧化钛化学复合镀制备工艺影响探究[J]. 电子测试, 2014(11): 150-152.
- HU Zhi-yu, ZHENG Tao, ZHANG Lei. Study on Preparation Parameters of Ni-P-nano TiO<sub>2</sub> Composite Plating[J]. Electronic Test, 2014(11): 150-152.
- [7] MONTEIRO O R, MURUGESAN S, SURESH R, et al. Corrosion and Erosion-resistant Metal Matrix Nanocomposite Coatings for the Oil and Gas Industry [C]// SPE International Oilfield Corrosion Conference and Exhibition. Aberdeen: Aberdeen Exhibition and Conference Centre, 2016.
- [8] MURUGESAN S, MONTEIRO O R, KHABASHESKU V N. Extending the Lifetime of Oil and Gas Equipment with Corrosion and Erosion-Resistant Ni-B-Nanodiamond Metal-matrix-nanocomposite Coatings[J]. Offshore Technology, 2016, 56: 862.
- [9] 张冠军, 来维亚, 尹成先, 等. 金属表面 Ni-P 化学镀层研究现状[J]. 表面技术, 2016(2): 8-16.
- ZHANG Guan-jun, LAI Wei-ya, YIN Cheng-xian, et al. Research Status of Ni-P Electroless Plating on Metal Surface[J]. Surface Technology, 2016(2): 8-16.
- [10] SADEGHZADEH-ATTAR A, AYUBIKIA G, EHTE- SHAMZADEH M. Improvement in Tribological Behavior of Novel Sol-enhanced Electroless Ni-P-SiO<sub>2</sub>, Nanocomposite Coatings[J]. Surface & Coatings Technology, 2016, 307: 837-848.
- [11] 陈焕铭, 高亚红, 吕琼, 等. 化学镀 Ni-P-W/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 复合镀层与 NdFeB 基体的结合强度研究[J]. 表面技术, 2012, 41(4): 13-15.
- CHEN Huan-ming, GAO Ya-hong, LV Qiong, et al. Investigation on the Interfacial Bonding Strength between Ni-P-W/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Coatings and NdFeB Matrix[J]. Applied Mechanics & Materials, 2012, 217-219: 1359-1362.
- [12] GB/T 17721—1999, 金属覆盖层 孔隙率试验 铁试剂试验[S].
- GB/T 17721—1999, Metallic Coatings—Porosity Tests—Ferroxyl Test[S].
- [13] JB/T 7901—2001, 金属材料实验室均匀腐蚀全浸试验方法[S].
- JB/T 7901—2001, Metals Materials-Uniform Corrosion-Methods of Laboratory Immersion Testing[S].
- [14] 高诚辉. 非晶态合金镀及其镀层性能[M]. 北京: 科学出版社, 2004.
- GAO Cheng-hui. Amorphous Alloy Plating and Its Coating Properties[M]. Beijing: Science Press, 2004.
- [15] 俞素芬, 雷军, 范伟光, 等. 化学镀 Ni-W-P 合金沉积机理初探[J]. 材料保护, 2001, 34(12): 18-19.
- YU Su-fen, LEI Jun, FAN Wei-guang, et al. Preliminary Study on the Deposition Mechanism of Electroless Ni-W-P Alloy[J]. Materials Protection, 2001, 34(12): 18-19.
- [16] 王期超, 黄燕滨. Ni-P 基化学复合镀层的研究进展[J]. 机械工程师, 2017(4): 47-49.
- WANG Qi-chao, HUANG Yan-bin. Research Progress of Ni-P-based Nanoparticle Electroless Composite Plating[J]. Mechanical Engineer, 2017(4): 47-49.
- [17] 王飙. 超声场对非晶态 Ni-W-P 及 Ni-W-P/纳米 ZrO<sub>2</sub> 镀层电沉积的影响[D]. 天津: 天津大学, 2007.
- WANG Feng. The Effect of Ultrasonic on the Amorphous Ni-W-P and Ni-W-P/Nano-ZrO<sub>2</sub> Electrodeposits [D]. Tianjin: Tianjin University, 2007.