

[Article]

www.whxb.pku.edu.cn

## 非晶态 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层的制备、热处理及腐蚀行为

杨防祖\* 黄 令 许书楷 周绍民

(厦门大学化学化工学院, 固体表面物理化学国家重点实验室, 福建 厦门 361005)

**摘要:** 在镍钨合金电解液中, 通过搅拌使二氧化锆固体微粒悬浮, 电沉积制备 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层. 研究结果表明, 二氧化锆粒子影响复合镀层的电沉积、表面形貌、结构、热处理过程和抗腐蚀性能; 与 Ni-W 合金的电沉积过程相比, 复合镀层中的 W 含量和电流效率均降低; 在 400 °C 处理 1 h 后, 嵌入 Ni-W 本体中的 ZrO<sub>2</sub> 粒子脱落, W 向镀层表面富集. 扫描电子显微镜(SEM)结果显示, 复合镀层呈现团粒状形态, 无裂纹. 差示扫描量热(DSC)分析结合 X 射线(XRD)衍射实验指出, Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层为非晶态结构. 复合镀层的显微硬度较纳米晶 Ni-W 合金的高; 热处理后, 复合镀层的显微硬度和在 3% 氯化钠溶液中的抗腐蚀行为显著增强.

**关键词:** 复合镀层; Ni-W 合金; 电沉积; 非晶态合金; 热处理

**中图分类号:** O646

## Preparation, Heat Treatment and Corrosion Behavior of Amorphous Ni-W/ZrO<sub>2</sub> Composite Coating

YANG Fang-Zu\* HUANG Ling XU Shu-Kai ZHOU Shao-Min

(State Key Laboratory for Physical Chemistry of Solid Surfaces, College of Chemistry and Chemical Engineering, Xiamen University, Xiamen 361005, Fujian Province, P. R. China)

**Abstract:** A Ni-W/ZrO<sub>2</sub> composite coating was prepared by electrodeposition from a Ni-W bath containing zirconia solid particles suspended in an electrolyte solution by stirring. Results showed that the presence of zirconia particles influenced the electrodeposition, surface morphology, crystallographic structure, thermal treatment and corrosion resistance of the obtained composite coating. By comparison to Ni-W alloy electrodeposition both W content in the Ni-W matrix and deposition current efficiency for the composite coating decreased. After heat treatment at 400 °C for 1 h some embedded zirconia particles were removed from the Ni-W matrix and W was enriched at the top surface of the deposit. Scanning electron microscopy (SEM) results revealed that the composite coating had a granular morphology and was crack-free. A differential scanning calorimetry (DSC) experiment combined with X-ray diffractometry (XRD) indicated that the Ni-W/ZrO<sub>2</sub> composite coating was amorphous. The microhardness of the composite coating was higher than that of the nanocrystalline Ni-W alloy. After heat treatment of the composite coating its microhardness and corrosion resistance in 3% NaCl solution were greatly enhanced.

**Key Words:** Composite coating; Ni-W alloy; Electrodeposition; Amorphous alloy; Heat treatment

复合镀层因其独特的物理机械性能, 在工程技术方面可获得广泛应用. 利用复合电沉积技术在零件表面将固体微粒与基质金属共沉积形成复合镀层, 通过改变复合粒子的种类和尺寸, 以及粒子在镀层中的含量和分布, 可以有效地改善材料的表面

性能.

纳米晶或非晶态 Ni-W 合金呈现较高的显微硬度、耐蚀性、耐磨性和热稳定性<sup>[1-6]</sup>. 该合金可作为电催化析氢阴极和微机电加工<sup>[1,3]</sup>系统中的代镍镀层和代铬镀层<sup>[3,7]</sup>.

Received: December 15, 2008; Revised: January 30, 2009; Published on Web: March 18, 2009.

\*Corresponding author. Email: fzyang@xmu.edu.cn; Tel/Fax: +86592-2181436.

国家重点基础研究发展计划(973)项目(2009CB930703), 国家自然科学基金重点项目(20833005)和国家自然科学基金(20873114)资助

© Editorial office of Acta Physico-Chimica Sinica

若将固体微粒如 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>[8]</sup>、CeO<sub>2</sub><sup>[9]</sup>、SiC<sup>[10]</sup>、SiO<sub>2</sub><sup>[11]</sup> 与 Ni-W 合金共沉积形成 Ni-W 基复合镀层,一方面,可望使镀层内应力降低,减少或消除裂纹;另一方面,可提高镀层的显微硬度、耐蚀和耐磨等性能.经过适当的热处理,非晶态 Ni-W 基复合镀层的物理化学性能可进一步提高<sup>[6,12]</sup>.

镍钨合金通常呈现张应力而导致镀层产生裂纹<sup>[6]</sup>.在镍钨合金镀液中加入固体 ZrO<sub>2</sub> 微粒,通过搅拌使微粒悬浮,可电沉积获得 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 基复合镀层.由于镀液中的粒子影响着金属或合金的沉积过程<sup>[13]</sup>,镍钨合金本体中嵌入的二氧化锆粒子可望降低镀层的内应力<sup>[14]</sup>,提高硬度和热稳定性<sup>[15-17]</sup>以及耐磨性<sup>[18]</sup>.

本文在前文<sup>[6]</sup>电沉积 Ni-W 合金的基础上,在含有钨酸钠、硫酸镍和柠檬酸铵的中性镍钨合金镀液中,加入二氧化锆微粒,电沉积获得 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层;利用电化学分析、差示扫描量热分析(DSC)、X射线衍射(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)及能量色散谱(EDS)等方法,研究电沉积过程和镀层热处理过程,及热处理前后复合镀层的组成、结构、硬度、表面形貌和在 3% NaCl 溶液中的腐蚀行为.

## 1 实验

电解液组成及沉积条件: NiSO<sub>4</sub>·6H<sub>2</sub>O 30 g·L<sup>-1</sup>, Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O 65 g·L<sup>-1</sup>, (NH<sub>4</sub>)<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub> 100 g·L<sup>-1</sup>, ZrO<sub>2</sub> (粒径 1-3 μm) 40 g·L<sup>-1</sup>. ZrO<sub>2</sub> 粒子使用前分别经过 1:1(φ, 体积比)HCl 和 1:1(φ)HNO<sub>3</sub> 浸泡清洗 24 h. 镀液使用化学纯试剂和去离子水配制,用氨水调节镀液 pH 7.0-7.5. 石墨板为阳极,面积为 3.0 cm×2.5 cm 的紫铜片为阴极. 镀液用磁力搅拌器搅拌. 电流密度为 8.0 A·dm<sup>-2</sup>, 镀液温度为 60 °C, 沉积时间为 80 min.

合金电沉积的电流效率:

$$\eta = \eta_w + \eta_{Ni} = \frac{w_w \cdot \Delta G / E_w}{I \cdot t} + \frac{w_{Ni} \cdot \Delta G / E_{Ni}}{I \cdot t}$$

式中,  $\eta_w$ 、 $\eta_{Ni}$  分别为 W 和 Ni 的分电流效率;  $E_w$ 、 $E_{Ni}$  分别为 W 和 Ni 的电化当量, 分别为  $3.18 \times 10^{-4}$  和  $3.04 \times 10^{-4}$  g·C<sup>-1</sup>;  $\Delta G$  为镀层质量(g);  $w_w$ 、 $w_{Ni}$  分别为镀层中 W 和 Ni 的质量分数;  $I$  和  $t$  分别为沉积电流(A)和时间(s).

电化学实验: 采用美国 CH Instrument 公司的 CHI660 电化学综合测试系统. 实验在玻璃三室电解池中进行. Pt 丝为辅助电极, 饱和甘汞电极(SCE)为

参比电极(文中电位数值均相对于此电极), 热处理前后的 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层为研究电极. 电解液为 3% NaCl 溶液. 每次实验前, 研究电极用石油醚、丙酮除油, 硝酸/盐酸 1:3(φ)溶液刻蚀处理, 用去离子水清洗. 实验在开路电位 ±250 mV 范围内进行, 扫描速率为 1 mV·s<sup>-1</sup>.

热处理: 为了解镀层结构的变化, 将 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 镀片置于石英管中, N<sub>2</sub> 气氛保护, 在上海实验电炉厂 SK2-1-10H 回转式管式电阻炉中以 3 °C·min<sup>-1</sup> 升温速率从室温升至 400 °C, 恒温 60 min 后自然冷却. 镀层差示扫描量热 (DSC) 实验在德国 NETZSCH DSC204 热分析测试仪上进行, 氮气气氛, 升温速率 20 °C·min<sup>-1</sup>, 从室温升至 450 °C.

镀层显微硬度( $H_v$ ): 用上海第二光学仪器厂的“71”型显微硬度计测定. 负荷为 100 g, 接触时间为 15 s.

镀层的结构: 用日本理学公司 D/MAX-RC 多晶转靶 X 射线衍射仪(XRD)测定. 采用 Cu K<sub>α</sub> 靶, λ 为 154.06 pm, 管电流 30 mA, 管电压 40 kV, 狭缝系统为 1°发射狭缝(DS)-1°防散射狭缝(SS)-0.15 mm 接收狭缝(RS), 以石墨单色器滤波, 扫描速率 6 (°)·min<sup>-1</sup>.

镀层表面形貌: 用 Philips 公司的 XL30 ESEM 扫描电子显微镜(SEM)测定, 20 kV, 真空度优于 1 mPa. 复合镀层的表面组成用随机附带的能量色散谱(EDS)测定.

## 2 结果与讨论

### 2.1 复合镀层的电沉积

在复合电沉积过程中, 粒子共沉积机理和动力学模型通常都建立在粒子向阴极的迁移和吸附现象<sup>[15,19-21]</sup>上. 镀层中粒子的含量随镀液组成和沉积条件如悬浮粒子浓度<sup>[16,19,22]</sup>、表面活性剂<sup>[23]</sup>、电流密度<sup>[16,19,22,23]</sup>、pH 值<sup>[24]</sup>和搅拌速率<sup>[16]</sup>的变化而改变. 在所述的镀液组成与沉积条件下, 所获得的 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层呈现金属光泽并与铜基体结合牢固. 二氧化锆粒子嵌入 Ni-W 基质(Matrix)镀层中. 复合镀层的质量组成为 Ni 48.3%、W 37.3% 和 ZrO<sub>2</sub> 14.4%( $w$ , 质量分数), 如表 1 所示. 如果不计算嵌入镀层中的二氧化锆粒子的含量, 仅计算 Ni-W 基质的组成, 则 Ni 和 W 质量分数分别为 56.4% 和 43.6%. 在镀液中不含有二氧化锆粒子, 但具有相同的镍钨合金镀液组成和沉积条件下, 所获得的 Ni-W 合金镀层的 Ni 和 W 质量分数分别为 52.9% 和

表 1 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层的电沉积与镀层组分含量  
Table 1 Electrodeposition and composition of Ni-W/ZrO<sub>2</sub> composite coating

	$\eta_{\text{Ni}}(\%)$	$\eta_{\text{W}}(\%)$	$w_{\text{Ni}}(\%)$	$w_{\text{W}}(\%)$	$w_{\text{ZrO}_2}(\%)$	$H_v/(\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2})$
Ni-W/ZrO <sub>2</sub> composite coating as plate	18.3	13.5	48.3	37.3	14.4	608
Ni-W/ZrO <sub>2</sub> composite coating after 400 °C, 1 h heat treatment	–	–	46.7	50.3	3.0	714
Ni-W alloy <sup>[6]</sup>	23.8	20.2	52.9	47.1	–	579

$\eta$ : deposition current efficiency,  $w$ : mass fraction,  $H_v$ : microhardness

47.1%<sup>[6]</sup>, 如表1所示. 因此, 可以认为, 二氧化锆粒子导致镀层中的 W 含量有所降低, 与朱立群等<sup>[25]</sup>的结果相似. 朱立群等<sup>[25]</sup>认为, 在 Ni-W-B 合金电沉积过程中, 镀液中二氧化锆粒子的加入, 导致 Ni-W-B 合金电沉积的过电位提高, 过电位提高则有利于镍的沉积, 从而使得复合镀层中的 W 含量有所降低. 镍钨合金沉积物含有 W-O 化合物<sup>[26,27]</sup>. 在电沉积过程中, W-O 化合物最可能以胶体形式存在于固/液界面, 并夹杂于镀层中. 因此, 从另一角度可以推测, 二氧化锆粒子可能阻碍或降低了 W-O 胶体化合物在镀层中的夹杂, 使得复合镀层中的 W 含量降低.

镀液中加入二氧化锆粒子, 提高了合金的共沉积过电位, 这无疑也将导致更强烈的析氢过程. 在本实验中, Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合共沉积的电流效率为 31.8%, 低于 Ni-W 合金的 44.0%<sup>[6]</sup>. 经过 400 °C、1 h 的热处理, Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层的质量组成为 Ni 46.7%, W 50.3% 和 ZrO<sub>2</sub> 3.0%, 如表 1 所示. 如果仅计算 Ni-W 基质镀层的组成, 则 Ni 和 W 质量分数分别为 48.1% 和 51.9%. 显然, 热处理后, 嵌入基质镀层中的 ZrO<sub>2</sub> 粒子脱落, 且 W 向镀层表面富集. Sagie 和 Polak<sup>[28]</sup>已报道了在 Ni(W) 固溶体中 W 向镀层表面富集的这一结论, 主要归因于, 在合金表面, 弹性应变的释放占优势, 相对削弱了 W-W 原子间键合驱动力, 使其较不易向内层迁移; 另外, 相对更稳定的 W-O 化合物的形成, 也使表层的 W 不易迁移.

## 2.2 表面形貌

Ni-W 合金通常呈现团粒状结构<sup>[6]</sup>. Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层 400 °C 热处理 1 h 前后的形貌示于图 1. 在不含有二氧化锆的相同镀液和沉积条件下, 所获得的 Ni-W 合金镀层<sup>[6]</sup>呈尺寸为 3–8 μm 的团粒状, 没有裂纹但颗粒边界清晰可见. 图 1 显示, Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层同样呈现无裂纹的颗粒状. 此外, 与 1,4-丁炔二醇<sup>[7]</sup>对 Ni-W 电沉积的作用结果一致, 即, 镀液中加入二氧化锆粒子, 提高了 Ni-W 合金的共沉积过电位, 使得晶粒更加细小和致密, 如图 1(a, b) 所示. ZrO<sub>2</sub> 粒子较均匀地分散于基质镀层表面和包埋于镀层中.

热处理后(图 1(c, d)), 由于 Ni-W 微细晶粒的重聚使得镀层的表面形貌相对均匀. Wang 等<sup>[29]</sup>报道指出, 关于 Ni-ZrO<sub>2</sub> 复合电沉积中 Ni 和 ZrO<sub>2</sub> 粒子间的作用力是, 在基质 Ni 和 ZrO<sub>2</sub> 粒子界面区域没有新相形成, 而是 Ni 原子和锆离子通过 *d* 轨道的相互交迭作用. 本文中, Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层热处理后, 由于二氧化锆与 Ni-W 基质间弱的作用力, 使得嵌入镀层表面的二氧化锆粒子脱落. 二氧化锆粒子在镀层中的总复合含量减少.

## 2.3 镀层的热处理、结构和显微硬度

复合镀层的差示扫描量热分析热处理过程示于图 2. 在 349.5 °C 和 391.0 °C 处分别出现一放热峰. 这一现象与 Ni-W 合金<sup>[6]</sup>的很不一样. Ni-W 合金在室温至 450 °C 范围内热处理分析, 仅在 100 °C 以上发生逐渐的放热过程而没有放热峰, 归因于 Ni-W 微细晶粒的团聚长大而非析出新相. DSC 热处理过

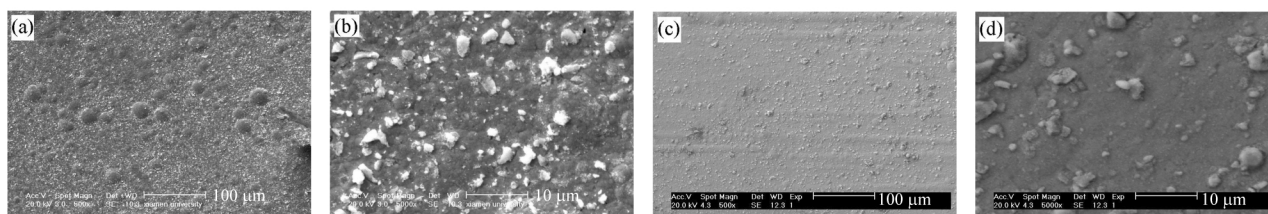


图 1 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层 400 °C 热处理 1 h 前(a, b)后(c, d)的形貌

Fig.1 Surface morphologies of Ni-W/ZrO<sub>2</sub> composite coatings as plate before (a, b) and after (c, d) heat treatment at 400 °C for 1 h

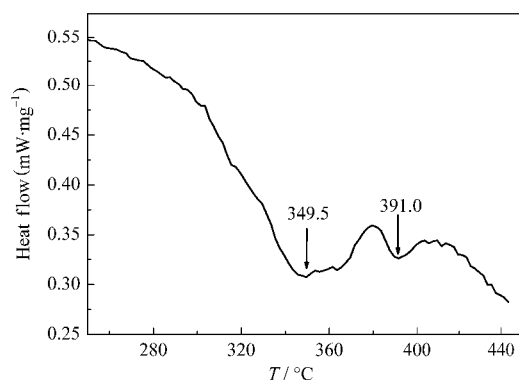


图2 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层的 DSC 图  
Fig.2 DSC plot of Ni-W/ZrO<sub>2</sub> composite coating

程中,亚稳相结构必然向稳态转变.因此,349.5 °C处的放热峰归因于 Ni-W 的再结晶,391.0 °C处的放热峰最可能归因于微细 Ni<sub>4</sub>W 粒子(新相)的析出<sup>[30]</sup>.

400 °C热处理 1 h 前后复合镀层的 XRD 图示于图 3. 其结构参数和经 Scherrer 公式计算得到的微晶尺寸  $D_{hkl}$  列于表 2. 热处理前, Ni-W 合金固溶体在  $2\theta=43.34^\circ$ (晶面间距  $d=0.2086$  nm)处出现一衍射强度仅为 400 a.u. 的宽衍射峰,对应于面心立方 Ni(111)晶面结构. 热处理后,该镀层在  $2\theta=43.78^\circ$ (晶面间距  $d=0.2066$  nm)处 Ni(111)晶面衍射强度迅速提高至 4307 a.u.,从而呈现更加明显的晶态特征;晶粒尺寸也从镀态时的 3.3 nm 提高至 9.7 nm. 与纯镍的标准晶面间距值(0.2034 nm)相比,热处理前后的

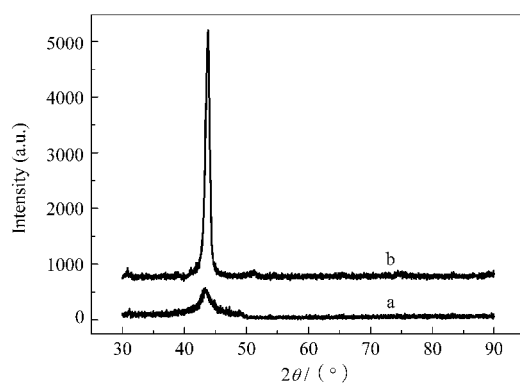


图3 热处理前(a)后(b)Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层的 XRD 图  
Fig.3 XRD patterns of Ni-W/ZrO<sub>2</sub> composite coating before (curve a) and after (curve b) heat treatment

表2 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层的结构参数  
Table 2 Structural parameters of Ni-W/ZrO<sub>2</sub> composite coating

	$2\theta/^\circ$	$d/\text{nm}$	$D_{hkl}/\text{nm}$	Intensity(a.u.)
as plate	43.34	0.2086	3.3	400
after heat treatment	43.78	0.2066	9.7	4307

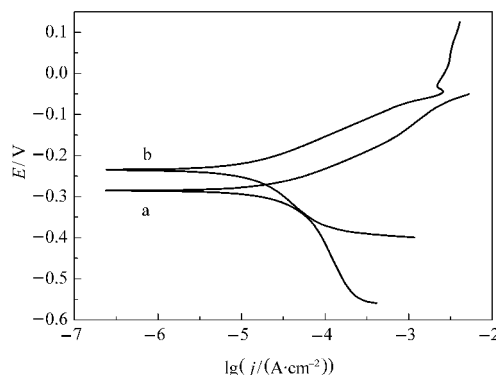


图4 热处理前(a)后(b)Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层的 Tafel 曲线  
Fig.4 Tafel curves of Ni-W/ZrO<sub>2</sub> composite coating before (a) and after (b) heat treatment

Ni-W 合金的均较大.这说明热处理前后的 Ni-W 合金均存在结构缺陷.可能由于二氧化锆粒子含量较低,使得本 XRD 图中没有发现该粒子的衍射峰.

Ni-W 合金热处理后仍呈现固溶体<sup>[31]</sup>结构和更加明显的纳米晶特征<sup>[6]</sup>. 本实验 DSC 结合 XRD 结果说明,尽管二氧化锆粒子导致镀层中的 W 含量降低,但镀态的复合镀层仍以非晶态存在,只在热处理后才呈现更加明显的晶态结构特征.显然,二氧化锆粒子对本体 Ni-W 合金的结构有很大的影响.

纳米晶 Ni-W 合金的显微硬度是  $579 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ . 本实验所得的非晶态 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层表面晶粒更加细小,显微硬度高达  $608 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ . 400 °C 热处理 1 h 后,由于本体 Ni-W 的再结晶以及微细 Ni<sub>4</sub>W 粒子(新相)的析出,使得其显微硬度进一步提高至  $714 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ .

## 2.4 腐蚀行为

在不含有二氧化锆粒子的本实验镀液中,所获得的 Ni-W 合金在 3% NaCl 溶液中的腐蚀电位为  $E_{\text{corr}}=-0.415 \text{ V}$ <sup>[6]</sup>,呈现出较好的抗腐蚀性. Erler 等<sup>[13]</sup>报道指出,镍基复合镀层由于腐蚀更易沿着镍/粒子界面进行,从而抗腐蚀稳定性降低.然而,本文中,因为二氧化锆粒子导致所获得的复合镀层呈现非晶态结构,所以复合镀层的抗腐蚀性能比 Ni-W 合金的更好.在 3% NaCl 溶液中,复合镀层的 Tafel 腐蚀实验曲线示于图 4. 实验结果表明,复合镀层镀态时,  $j_{\text{corr}}=3.2 \times 10^{-5} \text{ A} \cdot \text{cm}^{-2}$ 、 $E_{\text{corr}}=-0.273 \text{ V}$ ; 400 °C 热处理 1 h 后:  $j_{\text{corr}}=1.1 \times 10^{-5} \text{ A} \cdot \text{cm}^{-2}$ 、 $E_{\text{corr}}=-0.231 \text{ V}$ . 显然,热处理后,复合镀层的电化活性更低.

## 3 结论

在通过搅拌悬浮二氧化锆粒子的镍钨合金镀

液中,可以电沉积获得 Ni-W/ZrO<sub>2</sub> 复合镀层. 二氧化锆粒子均匀分散于 Ni-W 本体和表层中. 镀态的 Ni(48.3%)-W(37.3%)-ZrO<sub>2</sub>(14.4%) 复合镀层呈现金属光泽, 团粒状颗粒结构, 无裂纹, 与铜基体结合牢固. 虽然二氧化锆粒子作用的内在机理有待深入探索, 但事实证明, 该粒子对电沉积、镀层结构、形貌、显微硬度和抗腐蚀性能有显著影响. 相对于 Ni-W 合金电沉积, 镀液中二氧化锆粒子的加入, 导致镀层 W 含量和电流效率降低, 并且使复合镀层由 Ni-W 合金时的纳米晶转变为非晶态特征. 镀层结构的变化使得其显微硬度更高, 抗腐蚀性能更好. 适当热处理后, 复合镀层的性能可以进一步得到强化.

## References

- Haj-Taieb, M.; Haseeb, A. S. M. A.; Caulfield, J.; Bade, K.; Aktaa, J.; Hemker, K. J. *Microsystem Technologies-Micro-and Nanosystems-Information Storage and Processing Systems*, **2008**, **14**: 1531
- Mizushima, I.; Tang, P. T.; Somers, M. A. J. *Surface & Coatings Technology*, **2008**, **202**: 3341
- Haseeb, A. S. M. A.; Albers, U.; Bade, K. *Wear*, **2008**, **264**: 106
- Kimoto, Y.; Giga, A.; Ohkubo, T.; Takigawa, Y.; Hono, K.; Higashi, K. *Materials Transactions*, **2007**, **48**: 996
- Sriraman, K. R.; Raman, S. G. S.; Seshadri, S. K. *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, **2006**, **418**: 303
- Yang, F. Z.; Guo, Y. F.; Huang, L.; Xu, S. K.; Zhou, S. M. *Chinese Journal of Chemistry*, **2004**, **22**: 228
- Wu, Y.; Chang, D. Y.; Kim, D. S.; Kwon, S. C. *Surf. Coat. Technol.*, **2003**, **162**: 269
- Yao, Y. W. *Surface Engineering*, **2008**, **24**: 226
- Han, B. L.; Lu, X. C. *Surface & Coatings Technology*, **2008**, **202**: 3251
- Yao, Y. W.; Yao, S. W.; Zhang, L. *Materials Science and Technology*, **2008**, **24**: 237
- Yao, Y. W. *Anti-Corrosion Methods and Materials*, **2007**, **54**: 336
- Song, Y. H.; Wei, G.; Xiong, R. C. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **2007**, **17**: 363
- Erler, F.; Jakob, C.; Romanus, H.; Spiess, L.; Wielage, B.; Lampke, T.; Steinhäuser, S. *Electrochimica Acta*, **2003**, **48**: 3063
- Brooman, E. W. *Met. Finish.*, **2000**, **98**: 38
- Serek, A.; Budniok, A. *Journal of Alloys and Compounds*, **2003**, **352**: 290
- Chen, X. H.; Cheng, F. Q.; Li, S. L.; Zhou, L. P.; Li, D. Y. *Surf. Coat. Technol.*, **2002**, **155**: 274
- Pushpavanam, M.; Natarajan, S. R.; Balakrishnan, K. *Plat. Surf. Finish.*, **1997**, **84**: 88
- Wang, H.; Xia, W.; Jin, Y. *Wear*, **1996**, **195**: 47
- Wu, G.; Li, N.; Wang, D. L.; Zhou, D. R. *Acta Phys. -Chim. Sin.*, **2003**, **19**: 996 [武刚, 李宁, 王殿龙, 周德瑞. 物理化学学报, **2003**, **19**: 996]
- Bercot, P.; Pena-Munoz, E.; Pagetti, J. *Surf. Coat. Technol.*, **2002**, **157**: 282
- Vereecken, P. M.; Shao, I.; Searson, P. C. *J. Electrochem. Soc.*, **2000**, **147**: 2572
- Hirato, T.; Fransaer, J.; Celis, J. P. *J. Electrochem. Soc.*, **2001**, **148**: C280
- Terzieva, V.; Fransaer, J.; Celis, J. P. *J. Electrochem. Soc.*, **2000**, **147**: 198
- Aslanidis, D.; Fransaer, J.; Celis, J. P. *J. Electrochem. Soc.*, **1997**, **144**: 2352
- Zhu, L. Q.; Li, W. P.; Zhong, Q. P. *Materials for Mechanical Engineering*, **1998**, **22**: 9 [朱立群, 李卫平, 钟群鹏. 机械工程材料, **1998**, **22**: 9]
- Obradovic, M.; Stevanovic, J.; Despica, A.; Stevanovic, R.; Stoch, J. *J. Serbian Chem. Soc.*, **2001**, **66**: 899
- Rauscher, G.; Rogoll, V.; Baumgaertner, M. E.; Raub, C. J. *Trans. Inst. Metal Finish.*, **1993**, **71**: 95
- Sagie, E.; Polak, M. *Surf. Sci.*, **2000**, **459**: 223
- Wang, W.; Guo, H. T.; Gao, J. P.; Dong, X. H.; Qin, Q. X. *J. Materials Sci.*, **2000**, **35**: 1495
- Cao, G. M.; Yang, F. Z.; Huang, L.; Niu, Z. J.; Xu, S. K.; Zhou, S. M. *Trans. Inst. Metal Finish.*, **2001**, **79**: 81
- SchloBmacher, P.; Yamasaki, T. *Mikrochimica Acta*, **2000**, **132**: 309