

1 主题内容与适用范围

本标准规定了高强度钢零件低氢脆镀镉钛的质量检验要求、检验方法和镀前检验要求。
本标准适用于高强度钢零件低氢脆镀镉钛的镀前和镀后质量检验。

2 引用标准

- GB 1238 金属镀层及化学处理表示方法
- GB 3138 电镀常用名词术语
- GB 4677.6 金属和氧化覆盖层厚度测试方法 截面金相法
- GB 4955 金属覆盖层厚度测量 阳极溶解库仑方法
- GB 4956 磁性金属基体上非磁性覆盖层厚度测量 磁性方法
- GB 5270 金属基体上金属覆盖层(电沉积层和化学沉积层)附着强度试验方法
- GB 6458 金属覆盖层 中性盐雾试验(NSS 试验)
- GB 6463 金属和其他无机覆盖层 厚度测量方法评述
- GB 9791 锌和镉上铬酸盐转化膜试验方法
- GB 12609 电沉积金属覆盖层和有关精饰计数抽样检查程序
- GJB 594 金属镀覆层和化学覆盖层选择原则与厚度系列

3 定义

3.1 高强度钢

本标准将热处理到抗拉强度达大于等于 1 240 MPa(127 kgf/mm²)的钢定义为高强度钢。

3.2 主要表面

指零件上电镀前和电镀后的规定表面,该表面上的镀层对于零件的外观和使用性能是起主要作用的。

3.3 最小局部厚度

指在主表面上测到的局部厚度的最低值。

4 资料

4.1 必要资料

需方向供方提供下列资料:

- a. 本标准号(GB/T 13322);
- b. 要求镀层标记(见第 5 章);

- c. 主要表面应在零件图上注明和(或)提供样件;
- d. 表面外观(见 7.1 条);
- e. 采用的结合强度试验方法(见 10.2 条);
- f. 采用的氢脆试验方法(见 10.3 条);
- g. 采用的抽样方法(见第 9 章)。

4.2 补充资料

如果需要,可由需方提供下列补充资料:

- a. 基体金属的性质、表面状态和粗糙度(见 6.1 条);
- b. 电镀前消除应力和电镀后消除氢脆的要求;
- c. 对镀层的特殊要求,包括厚度;
- d. 对耐腐蚀性的要求及采用的试验方法(见 7.4 条)。

5 镀层标记

镀层标记按 GB 1238 中的规定。

6 零件镀前的验收要求

- 6.1 基体金属:本标准未规定基体金属的镀前表面状态,对基体金属的具体要求应由供需双方达成协议。
- 6.2 零件在镀前应完成所有的机加工、成型、焊接工序。
- 6.3 对原材料、热处理、机加工、磁力探伤等工序的检验。
- 6.4 要求具有镀前消除应力的检验印章。进行电镀的高强度钢零件,为了减少产生氢脆破坏的危险性,在电镀前均应进行热处理以消除零件表面的残余应力。零件热处理的温度和时间选择,应保证最大限度地消除应力而又不使零件的强度和硬度降低(一般温度至少低于材料最低回火温度 30℃,时间 4 h 以上)。

7 对镀层的质量检验要求

7.1 外观

镀层应清洁完整、结晶均匀细致。未经铬酸盐处理的镉钛镀层的颜色应为乳白色、灰白色或浅灰色;经铬酸盐处理的镉钛镀层的颜色为彩虹色或金黄色。

在电镀件的主要表面上,不应有明显的镀层缺陷,如起泡、剥落、麻点、烧焦、海绵状或局部无镀层。但是,因镀件基体的缺陷引起的不可避免的镀层缺陷除外。零件上无法避免工卡具接触痕迹,其位置和面积的大小应由供需双方商定。

必须需要时,应由需方提供能说明外观要求的样品。

7.2 厚度

对镀层厚度的要求应由需方在给出的图纸中按 GB 1238 规定的方法标出最小局部厚度要求。在图纸中未作厚度规定的零件,其厚度可参照 GJB 594 中对镉镀层的厚度要求。

7.3 结合强度

结合强度按 10.2 条对镀件进行试验时,应满足 GB 5270 对镀件的要求,镀层应牢固地附着在基体金属上,无起泡、剥落现象。

7.4 耐蚀性

如果需方规定镀件必须经过腐蚀试验,则镉钛镀件应按 GB 6458 中的中性盐雾方法进行试验。

带铬酸盐转化膜镉钛镀层的耐蚀性,经 500 h 不出现红锈腐蚀产物。

镉钛镀层上的铬酸盐转化膜类型与镉镀层相同,在 GB 9791 中有详细的规定和说明。

7.5 镀层钛含量

按照附录 A(补充件)中的方法进行镀层钛含量分析,镉钛镀层内的钛含量应在 0.1%~0.7%之间。

8 镀覆材料的氢脆性能要求

8.1 缺口试样持久试验

合格鉴定试验试样和工艺控制试验试样在 75%缺口极限拉伸强度的应力下进行持久载荷试验,至少持续 200 h 不断裂。

8.2 测氢试验

工艺控制试验可采用测氢仪进行试验。符合低氢脆镀镉钛溶液的 λ_{pc} 值应在 80 s 以内〔见附录 C(参考件)〕。

9 抽样

抽样方式和验收水平按 GB 12609 的规定进行。

10 试验方法

10.1 可采用 GB 4677、GB 4955、GB 4956 规定的方法测定高强度钢上镀镉钛镀层的厚度。此外,还可按 GB 6463 中规定的镉镀层的其他厚度测量方法测定。

当厚度测量有争议时,采用 GB 4955 规定的方法测量,但不包括主要表面小于 100 mm² 的零件。

10.2 结合强度试验

按 GB 5270 中规定的摩擦抛光试验,或镉镀层适用的其他结合强度的试验方法进行。

10.3 氢脆性检验试验

10.3.1 氢脆性合格鉴定试验

10.3.1.1 按附录 B(补充件)中的试样技术要求和加工方法准备六根高强度钢缺口拉伸试样。

10.3.1.2 六根试样单独在镉钛槽中电镀,电镀时试样应对称地安装在挂具上,试样的非电镀面应进行适当的绝缘。在 2~3 A/dm² 的电流密度下,电镀至厚度达 12 μm。镀后在 4 h 之内、在 190±5℃下,进行除氢 12 h。

10.3.1.3 试样在 75%缺口极限拉伸强度的应力下进行持久载荷试验,至少持续 200 h。试样中任何一根在 200 h 以内断裂,则认为该电镀溶液的氢脆性能不合格。这样就需要进行分析,查找断裂原因。待原因查出并排除故障后,仍需重复进行氢脆性合格鉴定试验。直至合格后,才能进行正式生产。

10.3.1.4 电镀溶液在配制和调整后均需进行氢脆性合格鉴定试验。

10.3.2 工艺控制氢脆性试验

工艺控制氢脆性试验以缺口试样持久试验为准。在工艺控制过程中也可用测氢仪进行检验。

10.3.2.1 缺口试样持久试验

a. 按附录 B 中的试样技术要求和加工方法准备三根缺口拉伸试样。

b. 三根试样与电镀的零件同槽电镀。装挂时,要注意合理安排试样与零件在镀槽中的摆放位置,尽量使试样与零件在相同条件下电镀。镀后试样与零件一起进行除氢处理。

c. 试样应在 75%缺口极限抗拉强度的应力下,至少持续 200 h。试样中任何一根在 200 h 以内断裂,则认为工艺过程氢脆性检验不合格,生产应立即停止。在此期间生产的零件应立即退回,进行分析并妥善处理。待电镀溶液氢脆性合格后,才能重新进行生产。

10.3.2.2 测氢仪试验

a. 测氢仪试验应由具备操作资格证书或质量控制部门认可的专职人员按照附录 C 中规定的试验方法和仪器操作说明书进行。

b. 测氢仪试验,一个星期至少进行两次。

10.3.2.3 在每30天的最大时间间隔里,应按10.3.2.1条进行缺口试样持久试验。如果在30天内没有进行此试验,则必须按10.3.1条进行氢脆性合格鉴定试验。

附录 A
镉钛镀层中钛的分析方法
(补充件)

A1 方法要点

在 1.5~3.5 N 的硫酸溶液中,四价钛与过氧化氢生成稳定的黄色络合物,用比色法测定钛量。

A2 试剂

- a. 硝酸铵(化学纯):10%水溶液;
- b. 硫酸(化学纯):1:9(体积比)水溶液;
- c. 硫酸(化学纯):比重 1.84;
- d. 硝酸(化学纯):比重 1.42;
- e. 磷酸(化学纯):比重 1.70;
- f. 乙醇(化学纯);
- g. 过氧化氢(化学纯):3%溶液;
- h. 钛标准溶液:含钛 0.1 mg/mL。

A3 分析程序

A3.1 将镀镉钛的试样清洗干净后,放入 120℃烘箱内 30 min,取出放入干燥器中冷却至室温,称量。置试样于 150 mL 烧杯中,加 10%硝酸铵溶液 20 mL,待镉钛镀层溶解后,用套有橡皮头的玻璃棒将试片表面附着物擦洗在烧杯中,取出用水冲洗干净,并用乙醇脱水,再放入 120℃烘箱内 30 min,取出放入干燥器中冷至室温并称量。两次重量之差即为待测镉钛镀层的质量。

A3.2 于上述 150 mL 烧杯中加硝酸 1~2 mL、硫酸 5 mL,加热至冒白烟,冷却后用水稀释至刻度并摇匀。用 2 cm 比色皿,在波长 460 μm 下进行比色,测出消光值,在钛标准曲线上查得相应的钛含量。

A3.3 钛标准曲线的绘制:分别取钛标准溶液 0、1、2、3、4、5 mL 放入 6 个 50 mL 容量瓶中,各加 1:9 硫酸溶液 20 mL、磷酸 1~2 mL、3%过氧化氢 2 mL 发色,然后,各以 1:9 硫酸溶液加至刻度,摇均匀。用 2 cm 比色皿,在波长 460 μm 下进行比色测出消光值,并绘制成标准曲线。

A4 计算

$$\text{Ti}\% = \frac{G_1}{G} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{A1})$$

式中: G_1 ——从标准曲线上查得的钛的质量,mg;

G ——比色测定时所取镀层的质量,mg。

注:① 本方法要求试样基体为钢材,尺寸为 30 mm×25 mm×1 mm 为宜。取下镀层的质量在 0.05~0.1 g 之间。

② 试样表面粗糙度为 $R_a 0.8$,取样时一定要把附着物刮洗干净。

附录 B
缺口持久试样的加工方法
(补充件)

B1 技术要求

B1.1 鉴定氢脆性的缺口持久试样,应使用与被镀零件相同的材料制备,经热处理后,试样基本材料的抗拉强度应接近上限。

B1.2 试样的形状与尺寸应符合图 B1 和图 B2 的规定。

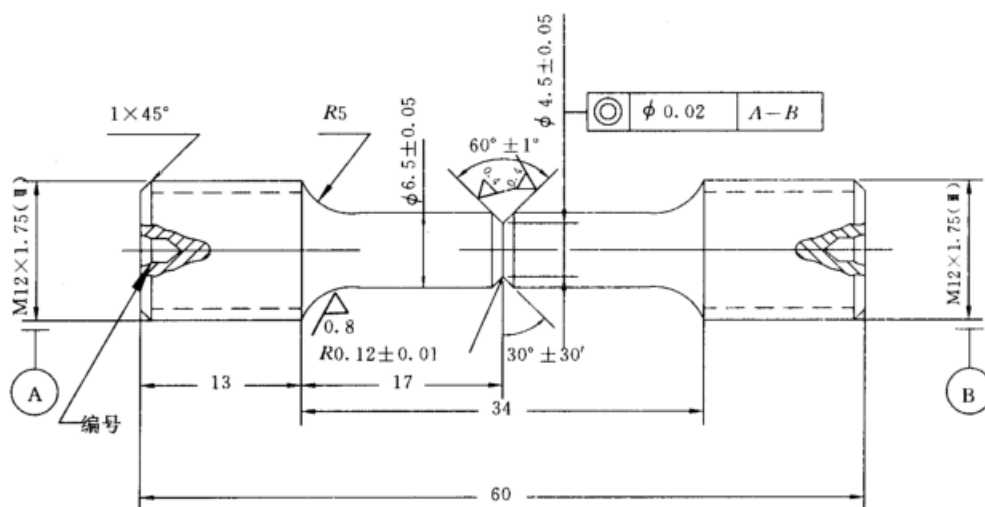


图 B1 缺口持久试样 ($R_{0.12}, K_1 = 4$)

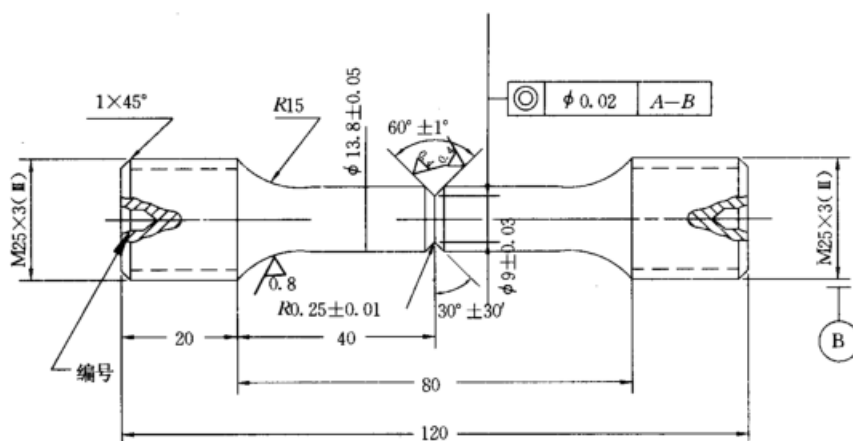


图 B2 缺口持久试样 ($R_{0.25}, K_1 = 4$)

B2 加工方法

B2.1 按图加工试样,取样的轴线应平行于材料的轧制纤维方向。粗加工后,热处理到试样要求的抗拉强度,然后精加工到规定尺寸。缺口处用中软细粒氧化铝砂轮磨削,磨削量不宜过大,冷却液应充分,试

样加工进刀量开始为 0.02~0.01 mm,精加工时为 0.005 mm。磨削后应保证缺口根部圆滑。磨削后进行投影检查,以保证缺口尺寸符合要求。

B2.2 为了保证试样的同心度,试样两端的螺纹应在热处理后再精加工到要求的尺寸。

B2.3 试样在电镀前,应消除磨削应力,消除应力的温度和时间与被镀零件相同。

附录 C

测氢仪试验方法

(参考件)

C1 测试原理

测氢仪是一种测量电镀时氢的吸收量和镀层的氢渗透性的仪器。它是利用铁壳电子管作为探头进行电镀,电镀过程中产生的一部分原子透过镀层和管壁渗入电子管内,使内真空度降低(电镀产生的氢脆正是这部分渗入基体内部的原子氢引起的)。由于氢原子在管内受发射电流冲击而离子化,从而引起电子管板极电流发生变化,此变化经微电流放大器放大后记录下来。此即把渗氢引起真空度的变化转变成电流信号。

测氢仪在整个电镀测试过程中所记录的曲线,以示意图说明如下:

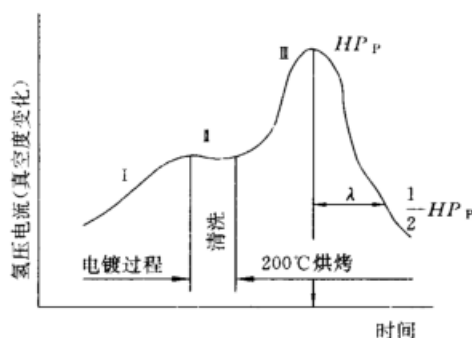


图 C1 测氢仪测试过程示意图

电镀时,由于部分氢原子渗入管内,使其氢压电流上升(真空度下降),曲线上升(第 I 阶段)。电镀结束后,清洗管壁,曲线稍有下降,即管内氢稍向外扩散(第 II 阶段)。最后将电子管置于 200℃ 的烘箱中烘烤。这时,开始是镀层和管壁吸收的氢继续向管内扩散,管内真空度继续下降,曲线继续上升;当扩散达到平衡时,曲线达一最高点,此即氢峰值 HP_p ;然后,就是管内氢通过管壁和镀层向外扩散,管内真空度又回升,曲线开始下降(第 III 阶段)。曲线下降的速度与镀层对氢的渗透性直接有关。于是,测定曲线从最高点 HP_p 降到 $\frac{1}{2} HP_p$ 所需的时间为“ λ_p ”值(以秒(s)为单位),此即表示镀层对氢的可渗透性。 λ_p 值小,表示镀层氢脆危险小。

C2 定标

C2.1 定标作业和电镀作业:单独测试探头管壁渗透性能的过程称为定标作业。所用溶液基本上与电镀溶液相同,但不含被镀的金属盐。定标时探头进行阴极充电。电镀作业则是用电镀溶液测试探头管壁与镀层的渗透性能的过程。

C2.2 I_H :探头的氢压电流,为记录曲线的纵坐标,单位为 $1 I_H = 1 \times 10^{-7} A$ 。

C2.3 氢峰值 HP :经阴极充电或电镀后将探头置于 200℃ 烘箱内烘烤时所取得的最大 I_H 。

C2.3.1 H_{pc} :定标作业取得的氢峰值。

C2.3.2 HP_p : 电镀作业取得的氢峰值。

C2.4 λ : 在 200℃ 烘箱中烘烤时, 氢峰值 HP 衰减至 $\frac{1}{2} HP$ 所需的时间, 单位为秒(s)。

C2.4.1 λ_0 : 为新探头初次定标所取得的 λ 值, 一般小于 40 s。

C2.4.2 λ_c : 为定标作业取得的 λ 值。

C2.4.3 λ_p : 为电镀作业取得的 λ 值。

C3 测试程序

具体测试步骤及操作方法按具体的测氢仪使用说明书进行。

C3.1 探头准备: 作为探头的电子管, 其真空度要求大于或等于 8×10^{-6} 托。将真空度检查合格的探头用喷磨料的方法清除表面的旧绝缘层, 然后留以适当面积作为电镀窗口, 其余均绝缘之。

C3.2 定标作业: 以定溶液对电子管探头进行阴极充电, 然后水洗, 丙酮冲洗, 滤纸吸干, 并置于 200℃ 烘箱中烘烤, 记录其氢压电流随时间变化的曲线。在曲线上标出 H_{Pc} 和 $\frac{1}{2} H_{Pc}$ 时的位置, 并用几何作图法求其 λ_c 的数值, 当曲线衰减到 $\frac{1}{2} H_{Pc}$ 时, 定标作业就可结束。

C3.3 电镀作业: 对定标合格的电子管探头进行电镀, 然后水洗, 丙酮冲洗, 滤纸吸干, 并置于 200℃ 烘箱中烘烤, 记录其氢压电流随时间变化的曲线, 在曲线上标出 HP_p 及 $\frac{1}{2} HP_p$ 的位置, 并用几何作图法求出其 λ_p 的数值, 当曲线衰减到 $\frac{1}{2} HP_p$ 时, 电镀作业即可结束。

C4 测试条件及结果的换算

C4.1 测试条件的规定

测试条件见表 C1。

表 C1

测试项目	测试电流 A	测试电压 V	测试时间 min	烘烤温度 C	窗口面积 dm ²
定标	0.05	1~6	3	200±2	0.05
电镀	0.10	1~6	15	200±2	0.05

C4.2 测试结果的换算: 将不少于三次的测试结果, 取其平均值。按下式换算成 λ_{pc} 来评定电镀溶液的氢脆性能:

$$\lambda_{pc} = \lambda_p \times \frac{\lambda_0}{\lambda_c} = \lambda_p \times \frac{40}{\lambda_c} (\text{s})$$

附加说明:

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会提出并归口。

本标准由航空航天工业部六二一所负责制定, 由北京航空航天大学和中国国际航空公司维修基地参加制定。

本标准主要起草人秦月文、翟金坤、谢翔福。

本标准参考了美国军用标准 MIL-STD-1500A(USAF)《低氢脆镀镉钛》。