



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13913—2008/ISO 4527:2003  
代替 GB/T 13913—1992

## 金属覆盖层 化学镀镍-磷合金镀层 规范和试验方法

**Metallic coatings—Autocatalytic (Electroless) nickel-phosphorus  
alloy coatings—Specification and test methods**

(ISO 4527:2003, IDT)

2008-06-19 发布

2009-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前言 .....	III
引言 .....	IV
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	2
4 需方应向生产方提供的资料 .....	2
5 基体金属、镀层及热处理条件的标识 .....	3
6 要求 .....	4
7 取样 .....	6
附录 A(规范性附录) 提高结合力和增加硬度的热处理 .....	7
附录 B(资料性附录) 镀层厚度的测量 .....	10
附录 C(资料性附录) 关于化学镀镍-磷镀层厚度、成分和应用的导则 .....	12
附录 D(规范性附录) 化学镀镍-磷镀层中磷含量的化学分析法 .....	14

## 前 言

本标准等同采用 ISO 4257:2003 金属覆盖层 化学镀(自催化)镍磷合金镀层 规范和试验方法(英文版)。

本标准根据 ISO 4257:2003 翻译起草。本标准对 ISO 4257:2003 作了如下编辑性修改:

- 按国内现有的覆盖层系列标准习惯,标准名称前加上“金属覆盖层”;
- 取消了国际标准的前言,增加了我国标准前言;
- 引用了与国际标准相对应的国家标准;
- 用“本标准”代替“本国际标准”。

本标准代替 GB/T 13913—1992《金属覆盖层 化学镀(自催化)镍-磷合金镀层 规范和试验方法》,与 GB/T 13913—1992 相比,主要变化如下:

- 为便于交流,将“化学镀(自催化)镍-磷合金”、“自催化(非电解镀)镍-磷合金”统一为“化学镀镍-磷合金”;
- 增加了本标准前言和引言;
- 指出本标准不适合化学镀镍-硼合金镀层、镍-磷复合镀层以及三元合金镀层;
- 删除 8 个引用标准,增加 16 个引用标准,所有引用标准均采用最新版本;
- 第 4 章对“需方应向生产方提供的资料”进行了必要的补充细化;
- 第 5 章“基体金属的镀前处理”改为“基体金属、镀层及热处理条件的标识”;
- 本标准的第 6 章合并了原标准第 5 章~第 8 章的内容,并略有增减;
- 删除原标准中的附录 A、附录 D。原标准附录 B、附录 C 的部分内容编入本标准的附录 A、附录 C 中,增加了本标准的附录 B、附录 D。

本标准中附录 A、附录 D 为规范性附录,附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由机械工业联合会提出。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会(SAC/TC 57)归口。

本标准起草单位:武汉材料保护研究所、武汉康捷科技发展有限公司、浙江新丰控股有限公司。

本标准主要起草人:邓日智、邓华、贾建新、喻晖、郑秀林、郑秀海、韩永广、戴国宾。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13913—1992。

## 引 言

化学镀镍-磷合金镀层通常是在热的弱酸性溶液中用次磷酸钠作还原剂,使镍金属离子催化还原而获得的。由于已沉积的镍磷合金是反应的催化剂,因此该反应是自动进行的。只要化学镀溶液循环自由地通过不规则形状零件的所有表面,便可获得镀层均匀的沉积层。

所获得的镀层是磷含量最多为 14% 的镍-磷过饱和固溶体的热力学亚稳合金。化学镀镍-磷的结构、物理和化学性质取决于镀层的组成、化学镀镍槽液的化学成分、基材预处理和镀后热处理。

化学镀镍-磷镀层可改善防腐性能和提供耐磨性能。一般而言,当镀层中磷含量增加到 8% (质量分数) 以上时,耐腐蚀性能将显著提高;而随着镀层中磷含量减少至 8% 以下时,耐磨性能会得到提高。但是通过适当的热处理,将会大大提高磷含量镀层的显微硬度,从而提高了镀层的耐磨性。

## 金属覆盖层 化学镀镍-磷合金镀层 规范和试验方法

### 1 范围

本标准规定了涉及到化学镀镍-磷镀层从水溶液到金属底层的所有要求和试验方法。

本标准不适用于化学镀镍-硼合金镀层、镍-磷复合镀层以及三元合金镀层。

**警告:**本标准使用中可能涉及危险品、操作和设备。但本标准不会专门指出在其应用中会出现的相关安全问题。应由本标准的使用者来确定相应的安全和卫生措施,并制定使用前其受规章限制的可行性。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2828.1 计数抽样检验程序 第1部分:按接收质量限(AQL)检索的逐批检验抽样计划(GB/T 2828.1—2003,ISO 2859-1:1999,IDT)

GB/T 3138 金属镀覆和化学处理与有关过程术语(GB/T 3138 1995,neq ISO 2079:1981)

GB/T 4955 金属覆盖层 覆盖层厚度测量 阳极溶解库仑法(GB/T 4955—2005,ISO 2177:2003,IDT)

GB/T 4956 磁性基体上的非磁性覆盖层 覆盖层厚度测量 磁性法(GB/T 4956—2003,ISO 2178:1982,IDT)

GB/T 5270 金属基体上的金属覆盖层 电沉积和化学沉积层 附着强度试验方法评述(GB/T 5270—2005,ISO 2819:1980,IDT)

GB/T 6461 金属基体上金属和其他无机覆盖层 经腐蚀试验后的试样和试件的评级(GB/T 6461—2002,ISO 10289:1999,IDT)

GB/T 6462 金属和氧化物覆盖层 厚度测量 显微镜法(GB/T 6462—2005,ISO 1463:2003,IDT)

GB/T 6463 金属和其他无机覆盖层厚度测量方法评述(GB/T 6463—2005,ISO 3882:2003,IDT)

GB/T 9790 金属覆盖层及其他有关覆盖层 维氏和努氏显微硬度试验(GB/T 9790—1988,eqv ISO 4516:1980)

GB/T 10125 人造气氛腐蚀试验 盐雾试验(GB/T 10125—1997,eqv ISO 9227:1990)

GB/T 10610 产品几何技术规范 表面结构 轮廓法评定表面结构的规则和方法(GB/T 10610—1998,eqv ISO 4288:1996)

GB/T 11379 金属覆盖层 工程用铬电镀层(GB/T 11379—2008,ISO 6158:2005,IDT)

GB/T 12332 金属覆盖层 工程用镍电镀层(GB/T 12332—2008,ISO 4526:2004,IDT)

GB/T 12334 金属和其他非有机覆盖层 关于厚度测量的定义和一般规则(GB/T 12334—2001,ISO 2064:1996,IDT)

GB/T 12609 电沉积金属覆盖层和有关精饰 计数检验抽样程序(GB/T 12609—2005,ISO 4519:1980,IDT)

GB/T 13913—2008/ISO 4527:2003

GB/T 16921 金属覆盖层 覆盖层厚度测量 X射线光谱法(GB/T 16921-2005,ISO 3497:2000,IDT)

GB/T 19349 金属和其他无机覆盖层 为减少氢脆危险的钢铁预处理(GB/T 19349-2003,ISO 9587:1999,IDT)

GB/T 19350 金属和其他无机覆盖层 为减少氢脆危险的镀覆后钢铁处理(GB/T 19350-2003,ISO 9588:1999,IDT)

GB/T 20015 金属和其他无机覆盖层 电镀镍、自催化镍、电镀铬及最后精饰 自动控制喷丸硬化前处理(GB/T 20015-2005,ISO 12686:1999,MOD)

GB/T 20018 金属和非金属覆盖层 覆盖层厚度测量  $\beta$ 射线背散射法(GB/T 20018-2005,ISO 3543:2000,IDT)

ISO 2859-2 计数抽样检验程序 第2部分:按限制质量(LQ)检索的孤立批检验抽样安排

ISO 2859-3 计数抽样检验程序 第3部分:间隔批抽样程序

ISO 2859-4 计数抽样检验程序 第4部分:申报质量等级的评估程序

ISO 9220 金属覆盖层 覆盖层厚度测量 扫描电镜法

ISO 10587 金属和其他无机覆盖层 覆盖或未覆盖金属层的外螺纹零件和杆的残余应力测试 斜楔法

ISO 15724 金属和其他无机覆盖层 钢中氢可扩散性的电化学测量法 Barnacle 电极法

### 3 术语和定义

GB/T 3138、GB/T 12334、GB/T 19349、GB/T 19350 中确立的术语和定义适用于本标准。

### 4 需方应向生产方提供的资料

#### 4.1 必要资料

当订购的工件需要按本标准要求镀覆时,需方应该作为合同以书面形式在工程图、需方订购单和详细的生产明细表中对所有重要项目提供如下信息:

- a) 镀层名称(见第5章)。
- b) 零件的拉伸强度和覆盖层沉积前后的任何热处理要求(见6.2、6.9、6.10、6.11、6.12及附录A)。
- c) 主要表面的详述,在图纸或试样上标出适当的标志。
- d) 基体金属的性质、状态和表面粗糙度,如果这些因素中的任何一项会影响到镀层的使用性或外观(见6.2)。
- e) 缺陷的位置、种类和尺寸,如:折痕、允许的缺陷(见6.2)。
- f) 表面粗糙度要求,如光亮、黯淡、光泽或其他表面粗糙度要求,并尽可能提供预期表面粗糙度的样品。切记,已经经过检验的样品表面粗糙度会随着时间推移而失效,因此需要定期替换样品。
- g) 底层的任何要求(见6.17)。
- h) 取样方法、验收标准或其他检验要求。如果它不同于GB/T 12609中已经给出的要求(见第7章)。
- i) 厚度、硬度、结合力、孔隙率、耐腐蚀性、耐磨性和可焊性测试的标准方法(见6.4、6.5、6.6、6.7、6.8、6.13、6.14及附录B)和特殊试验的条件(见6.1)。
- j) 产生压应力处理的任何特殊要求,如镀前的喷丸硬化(见6.16)。
- k) 预处理或限制预处理的特殊要求。
- l) 热处理或限制热处理的特殊要求。

- m) 对最大镀层厚度的特殊要求,尤其是对于产生磨损或加工过度的零件。无论是在零件镀前还是镀后测量其厚度,这些要求都必须严格遵守。
- n) 对在化学镀镍-磷镀层上的涂(镀)层的特殊要求。

#### 4.2 补充资料

下列补充资料应由需方规定。

- a) 钢零件镀前应去磁(退磁),尽量减少磁性微粒或铁屑杂质进入镀层;
- b) 镀层的最终表面粗糙度(见 6.3);
- c) 对于镀层化学成分的任何特殊要求(见 6.15);
- d) 不合格产品修复的任何特殊要求;
- e) 其他任何特殊要求。

### 5 基体金属、镀层及热处理条件的标识

#### 5.1 概述

基体金属、镀层及热处理条件应标注在工程图、订购单、合约或产品明细表中。标识应按如下顺序进行:基体金属、特殊合金(可选)、消除内应力的要求、底层的厚度和种类、化学镀镍-磷镀层中的磷含量和镀层厚度,涂覆在化学镀镍-磷镀层上的涂(镀)层种类和厚度以及后处理(包括热处理)。双斜线(//)将用于指明某一步骤或操作没有被列举或被省略。

标识包括以下内容:

- a) 术语“化学镀镍-磷镀层”;
- b) 国家标准号,即:GB/T 13913;
- c) 连字符;
- d) 基体金属的化学符号(见 5.2);
- e) 斜线分隔符(/);
- f) 化学镀镍-磷镀层的符号(见 5.4),以及用于化学镀镍-磷前后的镀层的符号(见 5.4),镀层顺序中的每一级都用分隔符按操作顺序分开。镀层的标识应包括镀层的厚度( $\mu\text{m}$ )和热处理要求(见 5.3)。

#### 5.2 基体金属的标识

基体金属应用其化学符号来标识,如果是合金则用其主要的组成来标识。

对于特殊合金,推荐用其标准名称来标识。比如:在< >符中填入其钢号或相应的国家标准。如 Fe<16Mn>是低合金高强钢的国家标准命名。

注:为了保证适当的表面预处理方法,并因此保证镀层和基体间的结合力,确定特殊合金以及它的冶金状态是极为重要的。

#### 5.3 热处理要求的标识

热处理要求应按如下内容标注在方括弧内。

- a) SR 表示消除应力的热处理;  
HT 表示增加镀层硬度或镀层与基体金属间结合力的热处理;  
ER 表示消除氢脆的热处理。
- b) 在圆括弧中标注热处理时的最低温度( $^{\circ}\text{C}$ )。
- c) 标注热处理持续的时间(h)。

示例:在  $210^{\circ}\text{C}$  温度下进行 1 h 消除应力的热处理,其标识为:[SR (210) 1]

#### 5.4 镀层种类和厚度的标识

化学镀镍-磷镀层应用符号 NiP 标识,并在紧跟其后的圆括弧中填入镀层磷含量的数值,然后再在其后标注出化学镀镍-磷镀层的最小局部厚度,单位为  $\mu\text{m}$ 。

## GB/T 13913—2008/ISO 4527:2003

底层应用所沉积金属的化学符号来标识,并在其后标注出该镀层的最小局部厚度,单位为  $\mu\text{m}$ (见 6.17)。例如,符号 Ni 表示镍电镀层。

沉积在化学镀镍-磷镀层上的其他镀层,如铬。其标识方法为电镀层的化学符号加上镀层的最小局部厚度,单位为  $\mu\text{m}$ (见 6.17)。

## 5.5 标识示例

- a) 在 16Mn 钢基体上化学镀含磷量为 10%(质量分数),厚 15  $\mu\text{m}$  的镍-磷镀层,要求在 210  $^{\circ}\text{C}$  温度下进行 22 h 的消除应力的热处理,随后在其表面电镀 0.5  $\mu\text{m}$  厚的铬。镀铬后,再在 210  $^{\circ}\text{C}$  温度下进行 22 h 的消除氢脆的热处理。具体标识如下:

化学镀镍-磷镀层 GB/T 13913-Fe<16Mn>[SR(210)22]/NiP(10)15/Cr0.5[ER(210)22]

- b) 在铝合金基体上镀覆与 a) 相同的镀层,没有热处理要求,具体标识如下:

化学镀镍-磷镀层 GB/T 13913-Al<2B12>//NiP(10)15/Cr0.5//

- c) 在铜合金基体上镀覆与 a) 相同的镀层,没有热处理要求,具体标识如下:

化学镀镍-磷镀层 GB/T 13913-Cu<H68>//NiP(10)15/Cr0.5//

由于订单的原因,产品明细表中不仅包含标识的内容,还包含第 4 章中所列的其他重要要求的清楚说明。

## 6 要求

## 6.1 替代试样

当镀覆后的工件大小、形状或材料不适用于试验时,或者当镀覆工件由于数量太少或价格昂贵而不适于进行破坏性试验时,可通过替代试样来测量镀覆层的结合力、厚度、孔隙率、耐腐蚀性、硬度和其他性质。替代试样所选用材料的冶金状态和表面质量,应同已镀覆工件一致。并且还应采取和已镀覆工件相同的处理工艺。

替代用试样可用来确定镀覆后工件是否达到本标准的要求。而用于试验的试样数量、材料、形状和大小都应由需方指定。

## 6.2 外观

化学镀镍-磷镀层重要表面的外观按需方的指定应为光亮、半光亮或无光泽的。并且用肉眼检查时,表面没有点坑、起泡、剥落、球状生长物、裂缝和其他会危害最终精饰的缺陷(除非有其他要求)。合格的试样将用于对比试验。

由于基体金属表面缺陷(如:划痕、气孔、轧制痕迹、夹杂物)引起的镀覆缺陷和变异,以及在严格遵守规定的金属精加工操作后最后精饰仍然留有的瑕疵,都不属于导致废品的原因。需方应指定在已加工和未加工产品表面可容忍的缺陷限度。但被损坏的基体金属不可用于镀覆。

通过肉眼可见的起泡或裂缝,以及由热处理引起的缺陷,都应视作废品。

注:在镀覆前就已存在于基体金属上的缺陷,包括隐藏缺陷,在镀覆后会被重显。另外,镀后热处理会产生污点和有色的氧化物。但有颜色氧化物的产生不应视作导致废品的原因,除非是在指定的特殊气氛下进行热处理。对此无异议的需方可以考虑接受此类缺陷。

## 6.3 表面粗糙度

如果需方规定了最终表面粗糙度的要求,其测量方法应遵照 GB/T 10610 的规定进行。

注:化学镀镍-磷镀层的最终表面粗糙度不一定比镀覆前基底的表面粗糙度好。除非镀层的底层特别平滑和经过抛光。

## 6.4 厚度

在标识部分所指定的镀层厚度指其最小局部厚度。在需方没有特别指明的情况下,镀层的最小局部厚度应在工件重要表面(可以和直径 20 mm 的球相切)的任何一点测量。

在不同使用条件下的防腐蚀镀层厚度的要求参见附录 C。厚度的测量方法从附录 B 中选择。



### 6.5 硬度

如果指定了硬度值,那么应按 GB/T 9790 中规定的方法测量。镀层硬度应在需方规定的硬度值的±10%以内。

### 6.6 结合力

化学镀镍-磷镀层可以附着在有镀覆层和未经镀覆的金属上。根据需方的规定,镀层应能通过 GB/T 5270 中规定的一种或几种结合力的测试。

### 6.7 孔隙率

如果有要求,化学镀镍-磷镀层的最大孔隙率应根据需方的规定和孔隙率的测试方法共同确定。

### 6.8 镀层的耐腐蚀性

如果有要求,镀层的耐腐蚀性及其测试方法应由需方根据同 GB/T 6461 一致的标准来规定。GB/T 10125、醋酸盐雾试验以及铜加速盐雾试验等方法可以被指定为评估镀层抗点蚀能力的测试方法。

注:在人工环境下的耐腐蚀性测试不涉及工件的使用寿命或工件性能。

### 6.9 镀覆前消除内应力的热处理

当需方特别指明时[见 4.1 b)],抗张强度大于或等于 1 000 MPa,以及含有因加工、摩擦、矫正或冷加工而产生拉应力的钢件,都需要在清洗和沉积金属之前进行消除内应力的热处理。消除内应力的热处理工序和种类应由需方专门指定。或者由需方按照 GB/T 19349 选择合适的工序和种类。消除内应力的热处理工序应在任何酸性或阴极电解之前进行。

注:钢铁上的氧化物或水垢要在镀覆前消除掉。对于高强度钢,为了避免产生氢脆,在清洗工序中应优先考虑选用非电液碱性和阳极碱性清洗法以及机械清洗法。

### 6.10 镀覆后消除氢脆的热处理

抗张强度大于等于 1 000 MPa 的钢件,同经过表面硬化处理的工件一样,需要在镀覆后依据 GB/T 19350 或需方规定的相关工序,进行消除氢脆的热处理[见 4.1 b)]。

所有镀覆后消除氢脆的热处理应及时进行,最好是在表面精饰加工之后、打磨和其他机加工之前的 1 h 内完成,最多不要超过 3 h。

消除氢脆处理的有效性应通过需方指定的测试方法或相关标准中描述的测试方法来确定。如 ISO 10587 中描述了一种测试螺纹件残余应力氢脆的方法,而 ISO 15724 中则描述了钢铁中扩散氢浓度的一种测试方法。

注:依照 GB/T 19350 中规定的工序进行热处理并不能完全消除氢脆,只要可能,都应特别指出残余氢脆的测试试验。消除试验样品的氢脆,可以说明消除氢脆热处理工序的有效性。但这些都取决于所参加测试样品的数量。

### 6.11 提高硬度的热处理

采用热处理方法提高化学镀镍-磷镀层的硬度和耐磨性的规定见表 A.1(见 6.13)。

如果有需要,提高化学镀镍-磷镀层硬度和耐磨性的热处理应在镀后 1 h 内完成,并且应在机加工之前进行。热处理的持续时间应在零件达到特定热处理温度后至少 1 h。

如果进行提高镀层硬度的热处理工序后,满足了 GB/T 19350 所规定的要求,那么就不需要再单独进行消除氢脆的热处理。

### 6.12 改善结合力的热处理

改善化学镀镍-磷镀层在某种金属基体上结合力的热处理工序应参照表 A.1 进行,除非需方特别指定了其他工序要求。

### 6.13 耐磨性

如果有要求,应由需方指定镀层耐磨性的要求,并指定用于检测镀层耐磨性是否达到要求的测试方法。

注:化学镀镍-磷镀层的耐磨性会受到热处理的影响(见 6.11 和附录 A)。

GB/T 13913—2008/ISO 4527:2003

#### 6.14 可焊性

如果有要求,应由需方指定镀层的可焊性,并指定用于检测镀层的可焊性是否达到要求的测试方法。

注:为使焊接过程中(特别是电子产品)受到腐蚀的可能性降低到最小程度,有时会用超过10%(质量分数)磷的镀层进行焊接,而将磷含量较少的镀覆层(1%~3%质量分数)用于焊接则更为常见。

#### 6.15 化学成分

化学镀镍-磷镀层中的磷含量应在标识中指定(见5.4和表C.2)。当按照附录D提供的方法进行测试时,所测得的磷含量与所要求的磷含量不应超过±0.5%的误差。如果没有特别指明磷含量,那么磷含量将在1%~14%(质量分数)的范围内(除非有其他要求)[见4.2c)]。

#### 6.16 金属零件的喷丸

如果需方要求在镀覆之前进行喷丸,那么喷丸工序应在任何酸性或碱性电解处理之前按照GB/T 20015的要求进行。该标准同时还规定了测量喷丸强度的方法。

注:镀覆前的喷丸硬化可以使高强度钢镀覆化学镀镍-磷镀层后的疲劳强度和结合力的减少降低到最小程度。对于那些常用于重复性的复杂负重模式的工件推荐在镀覆前进行喷丸硬化处理。影响疲劳强度的其他因素还包括镀层厚度。在满足预期使用条件的前提下,镀层应尽可能地薄。有控制的喷丸硬化所产生的压应力不仅可以提高镀层的耐腐蚀性和应力腐蚀裂纹扩展的阻力,而且对于提高镀层的结合力也有益。

#### 6.17 底层和表层

电镀镍底层应符合GB/T 12332中的相关规定[见4.1g)]。用于化学镀镍-磷镀层之上的铬镀层应符合GB/T 11379中的相关规定。

注:电镀2 μm~5 μm厚的镍底层可用于含镉、砷、铋、钨、铅或锡的基体金属(黄铜和青铜除外)。

电镀2 μm~5 μm厚的镍或铜底层可用于含微量镁和锌的基体金属。

可以在铜底层和化学镀镍-磷镀层之间闪镀镍层。

电镀1 μm~2 μm厚的镍底层可用于含微量铬、铅、钨、钼、锡、钛或钨的基体金属。

电镀底层的目的是为了减少沉积过程中那些会降低沉积效率的元素的污损危害。另外,电镀金属底层能阻止杂质从基体金属扩散到化学镀镍-磷镀层,并有助于提高结合力。

### 7 取样

取样方案应由需方按GB/T 2828.1、GB/T 12609、ISO 2859-2、ISO 2859-3、ISO 2859-4的规定选择抽样方式选取。或者由需方另定替代方案。需方应指明可接受的水平。

## 附录 A (规范性附录)

### 提高结合力和增加硬度的热处理

#### A.1 提高结合力的热处理

在需方没有特别指明的情况下,提高化学镀镍-磷合金镀层在各种合金材料上沉积时结合力的热处理操作应按表 A.1 中所列的时间和温度进行。

注:温度达到 130 ℃ 以上的热处理可以减少可热处理的铝和其他各种合金的拉应力。当需方为了提高镀层结合力而特别要求镀覆后进行热处理时,建议应考虑热处理对底层材料机械性能的影响。必要时最好进行校验。

#### A.2 提高硬度和耐磨性的热处理

对化学镀镍-磷镀层进行热处理,可以产生弥散强化作用,从而提高镀层硬度和耐磨性。热处理所采用的温度和时间可依照表 A.1 选用。

表 A.1 推荐提高硬度和附着力的热处理方法

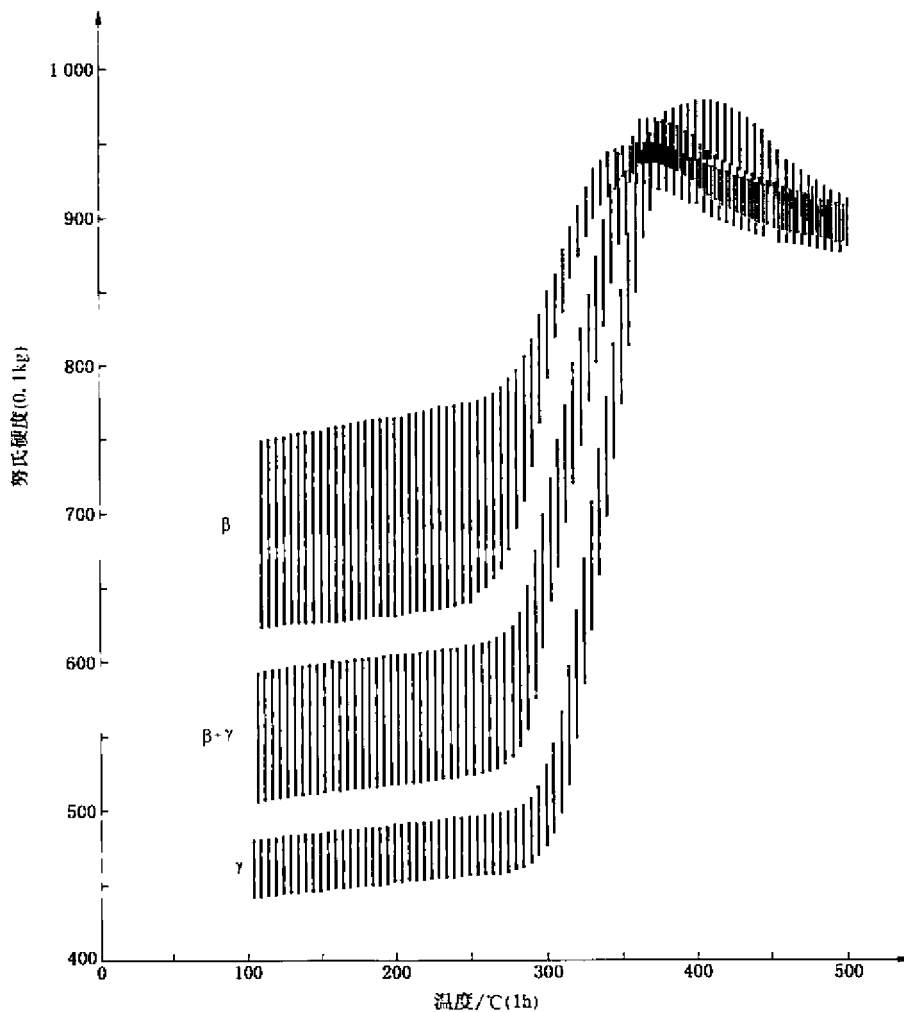
序号	种类	温度/℃	时间/h	
1	不需要进行热处理,镀态			
2	为获得最大硬度而进行的热处理,按类型分类(参见表 C.2)	1	260 285 320 400	20 16 8 1
		2	350~380	1
		3	360~390	1
		4	365~400	1
		5	375~400	1
		3	提高在钢铁上镀层的附着力	180~200
4	提高在渗碳钢和时效硬化铝上镀层的附着力	120~130	1~6	
5	提高在镀和未经时效硬化的铝上镀层的附着力	140~150	1~2	
6	提高在钛以及钛合金上镀层的附着力	300~320	1~4	
7	提高在镁及镁合金,铜及铜合金上镀层的附着力	180~200	2~2.5	
8	提高在镍及镍合金上镀层的附着力	220~240	1~1.5	
9	提高在钨及钨合金上镀层的附着力	190~210	2~2.5	

一般而言,热处理后随着磷含量的减少,镀层的硬度得到提高(见图 A.1)。经过 1 h 以上、温度在 250 ℃~400 ℃ 之间的热处理,镀层硬度将大大提高。虽然 220 ℃ 以上的热处理可以使镀层硬度超过 850HK0.1,但同时会降低镀层的耐腐蚀性。而温度低于 200 ℃ 的热处理在提高结合力或减少氢脆的同时,却不会削弱镀层的耐腐蚀性,而且还可以大大提高镀层的硬度和耐磨性。在特殊情况下,为防止工件表面产生有色的氧化物,热处理工序要在惰性气氛、还原性气氛或真空环境下进行。另外,温度超过 260 ℃ 的热处理会使第 5 类镀层产生磁性。

GB/T 13913—2008/ISO 4527:2003

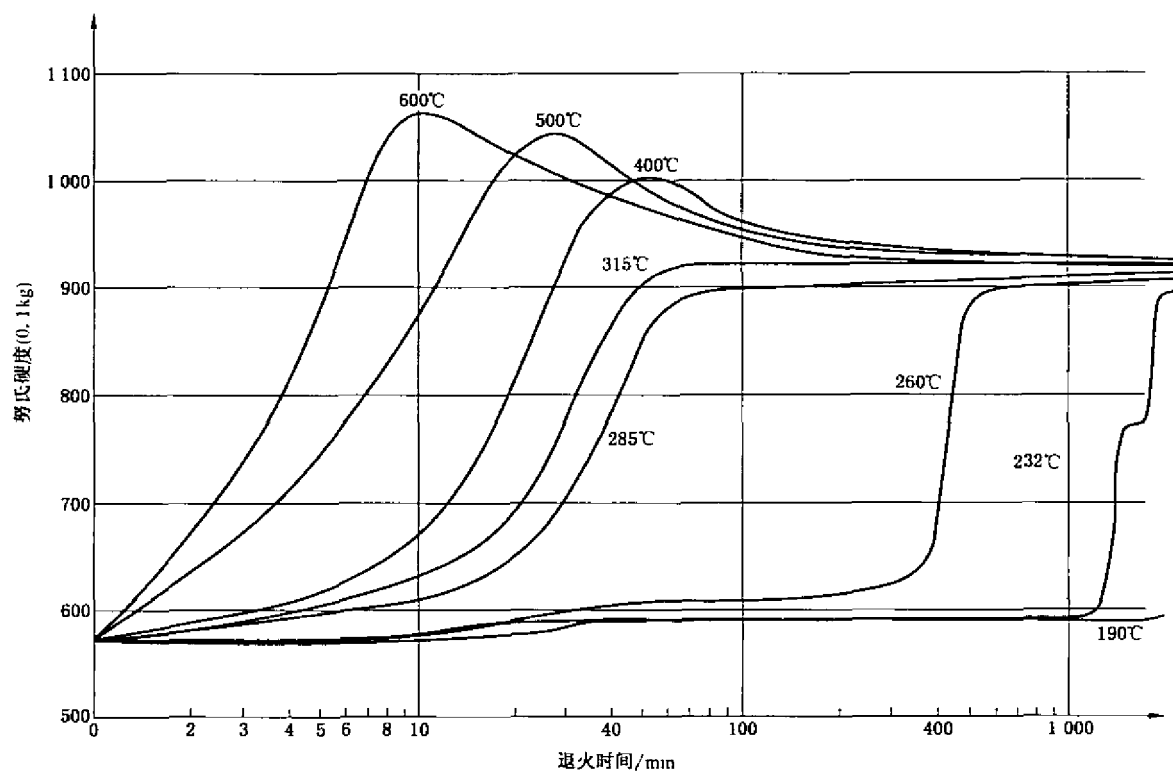
对于不同种类的化学镀镍-磷镀层,进行 1 h 热处理后的温度与镀层硬度的关系见图 A.1。而硬度和退火时间的关系见图 A.2。由图 A.2 中的数据不难看出,通过降低温度和延长退火时间可以得到同等的镀层硬度。

注:测试金属镀覆层硬度常采用努氏硬度试验。这是由于努氏硬度测试方法中的不确定因素较维氏硬度的要少。维氏硬度测试方法中,由于薄而脆的镀层容易破裂,因此测试结果会有较大的不确定性。但是如果操作得当,两种硬度试验所得到的数据几乎是完全一样的。不过,适当的操作方法还包括使用不同的负载得到相同的缺口深度。因此,为了建立有效的关联性,必须使用并行的测量方式,才能将不同的负载用于相同的镀层。到目前为止,关于化学镀镍-磷合金镀层并行的硬度测量方法的研究还很少。



相	合金种类	磷含量(质量分数)%
$\beta$	2,3	1~4
$\beta + \gamma$	4	5~9
$\gamma$	5	>10

图 A.1 不同种类的化学镀镍-磷镀层经过 1 h 热处理后热处理温度和硬度的关系



注：通过调整退火时间和降低温度，可以得到等效沉积硬度。图中的曲线是基于平均值绘制的，因此结果与标准测试相比会有一些的偏差。

图 A.2 硬度和退火时间的关系

**附录 B**  
**(资料性附录)**  
**镀层厚度的测量**

**B.1 概述**

GB/T 4955、GB/T 4956、GB/T 6462、GB/T 6463、GB/T 16921、GB/T 20018、ISO 9220 标准综述了测量金属和其他无机镀覆层厚度的方法,包括没有在本附录中引用的测量方法。

**B.2 破坏性测试方法****B.2.1 显微镜法**

采用 GB/T 6462 中规定的方法。

**B.2.2 库仑法**

GB/T 4955 中规定的库仑法可以用于测量化学镀镍-磷镀层的总厚度,以及铜和镍底层的厚度。该方法可以在工件的重要表面(该表面可以与直径 20 mm 的圆球相切)的任何一点进行测量。

**B.2.3 扫描电镜法**

ISO 9220 中规定的扫描电镜法可以用于测量化学镀镍-磷镀层及其底层的厚度。

注:为防止产生争议,库仑法应用于测量厚度小于 10 μm 的化学镀镍-磷镀层。而扫描电镜法应用于厚度大于或等于 10 μm 的化学镀镍-磷镀层及其底层的厚度测量。

**B.3 非破坏性测试方法****B.3.1 β射线背散射法(不适用于铜基体)**

采用 GB/T 20018 规定的方法。该方法适用于测量铝基金属的镀层厚度以及全部镀层的厚度。

**B.3.2 X射线光谱测定法**

采用 GB/T 16921 规定的方法。应根据厚度标准件对 X 射线测试设备进行校准。校准用标准件镀层中的磷含量应与被测镀层中磷含量相同。

注:由于镀层中磷含量存在局部差异,因此推荐应在相应的测量区域的一个扇区内使用积分法来确定磷的含量。

**B.3.3 称量—镀覆—再称量法**

选用一个已知表面积的工件(或选用与已镀覆工件基材相同的试样,试样表面积已知)。在镀覆前后分别称量工件或试样的质量,精确到 0.001 g。要保证每次测量都是在室温下进行,并且工件或试样都是干燥的。再按式(B.1),根据增加的质量、镀层的密度和面积计算出镀层的厚度。

$$T = \frac{10W}{(A \times D)} \quad \dots\dots\dots(B.1)$$

式中:

*T*— 镀层厚度,单位为微米(μm);

*W*— 增加的质量,单位为毫克(mg);

*A*— 总面积,单位为平方厘米(cm<sup>2</sup>);

*D*— 密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>)。

镀层中的磷含量会影响镀层的密度。根据相关科技文献中提供的数值,图 B.1 中给出了化学镀镍-磷镀层的密度。

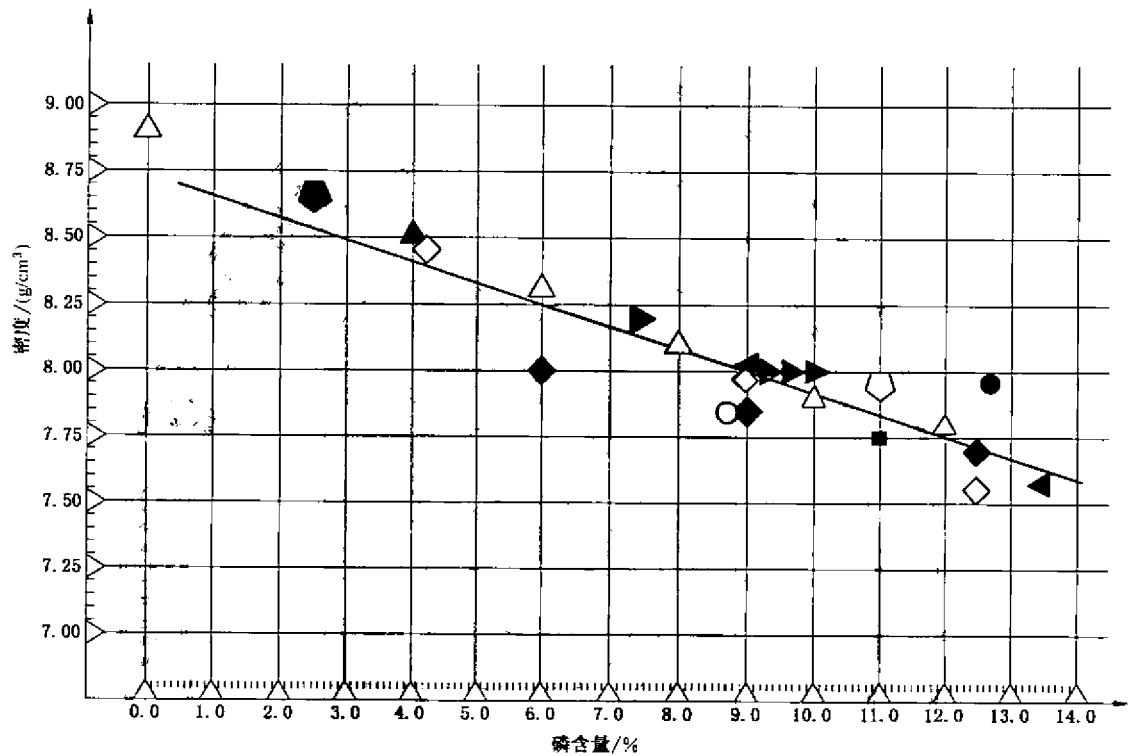
例如:一块面积 19.736 cm<sup>2</sup> 的低碳钢,镀前重 3 198 mg,镀后重 3 583 mg。镀层含磷量为 9%,密

度为  $8.01 \text{ g/cm}^3$  (由图 B.1 知)。其厚度按式(B.2)计算:

$$T = \frac{10(3\ 583 - 3\ 198)}{19.763 \times 8.01} = 24.3 \text{ }\mu\text{m} \dots\dots\dots (\text{B.2})$$

#### B.3.4 磁性法

采用 GB/T 4956—2003 中规定的方法测试磷(非磁性)含量大于 8%(质量分数)的化学镀镍-磷镀层的厚度。



注:

- △ 取自于 Riedel, Wolfgang, *Electroless Nickel Plating*, ASM International, Metals Park, OH, 1991 p. 92; DIN 50966, *Electroplated coatings; autocatalytic nickel-phosphorus coatings on metal in technical applications*.
- ◆ 取自于附录 A
- 取自于 Vendor, Elnic(unpublished)
- ◇ 取自于 Rajam, K. S. et al., *Metal Finishing*, vol. 88, No. 11, 1990.
- ▶ 取自于 Fielding, Ogburn et al., *NIST, Plating and Surface Finishing*, vol. 68, No. 3, 1981.
- 取自于 Kannigen, ASTM STP No. 265, *Electroless Nickel Plating*, 1959.
- 取自于 Smith, D. D., *Thermal Conductivity of Electroless Nickel-Phosphorus Alloy Plating*, National Science Foundation, Oak Ridge, TN, 1963.
- ◀ 取自于 Gorbanova, K. M. and Nikiforova, A. A., *Physicochemical Principles of Nickel Plating*, National Science Foundation, Oak Ridge, TN, 1963.
- ◻ 取自于 Vendor, Schering, unpublished analytical results, Schering AG, Berlin, 1982.
- 取自于 Mallory, Glenn et al., *Studies and Properties of Very Hard Electroless Nickel Deposits*, EN'95, Gardner Management, Cincinnati, OH, 1995.

图 B.1 化学镀镍-磷合金镀层密度

## 附录 C

(资料性附录)

## 关于化学镀镍-磷镀层厚度、成分和应用的导则

## C.1 概述

化学镀镍-磷合金镀层的特性主要由镀层的成分和结构决定。而镀层的成分和结构又由镀液、沉积条件以及改变镀层结构的热处理工艺决定的。基体材料的性质,如表面粗糙度,也会影响镀层的特性,包括它的耐磨性。

## C.2 镍-磷镀层的耐磨性、厚度和应用条件

表 C.1 中列出了在不同使用条件下,镍-磷镀层具有足够的耐磨性的最小厚度。在粗糙或多孔的工件表面,为了将基体材料对镍-磷镀层特性的影响减少到最少,镍-磷镀层应更厚一些。为了以最小的镍-磷镀层厚度获得最佳的耐磨性,基体材料的表面应平整和无气孔。表面粗糙度  $Ra < 0.2 \mu\text{m}$  的基体材料可用作样板。

表 C.1 满足耐磨性使用要求的最小镍-磷镀层厚度

 $\mu\text{m}$ 

使用条件序号	种 类	铁基材料上的 最小镀层厚度	铝基材料上的 最小镀层厚度
5 (极度恶劣)	在易受潮和易磨损的室外条件下使用,如:油田设备	125	-
4 (非常恶劣)	在海洋性和其他恶劣的室外条件下使用,极易受到磨损,易暴露在酸性溶液中,高温高压	75	-
3 (恶劣)	在非海洋性的室外条件下使用,由于雨水和露水易受潮,比较容易受磨损,高温时会暴露在碱性盐环境中	25	60
2 (一般条件)	室内条件下使用,但表面会有凝结水珠;在工业使用条件下会暴露在干燥或油性环境中	13	25
1 (温和)	在温暖干燥的室内环境中使用,低温焊接和轻微磨损	5	13
0 (非常温和)	在高度专业化的电子和半导体设备、薄膜电阻、电容器、感应器和扩散焊中使用	0.1	0.1

除了厚度,镀层中的磷含量和其他因素也会影响化学镀镍-磷镀层的耐腐蚀性。一般而言,随着磷含量的增加,镀层在酸性环境下的耐腐蚀性会得到提高。镀层的耐腐蚀性取决于镀层中的磷含量以及镀层表面的钝化氧化膜。但是,那些和镍-磷合金共同沉积的杂质,会破坏钝化氧化膜,并且最终会减弱它的耐腐蚀性。

## C.3 不同使用条件下,镀层的种类和磷含量

由于可以通过控制化学镀镍-磷沉积过程,来获得具有能够满足不同使用条件要求特性的镍-磷镀层。因此,工程人员就可以根据特殊要求来规定镀层的特性。表 C.2 列出了不同使用条件下镀层的种类和磷含量。



表 C.2 不同使用条件下推荐采用的镍-磷镀层的种类和磷含量

种类	磷含量(质量分数)/%	应用
1	对磷含量没有特殊要求	一般要求的镀层
2 (低磷)	1~3	具有导电性、可焊性(如:集成电路、引线连接)
3 (低磷)	2~4	较高的镀态硬度,以防止黏附和磨损
4 (中磷)	5~9	一般耐磨和耐腐蚀要求
5 (高磷)	>10	较高的镀态耐腐蚀性,非磁性,可扩散焊,具有较高的延展柔韧性; 如:用于硬磁盘的含磷 12.5%的镀层

#### C.4 磨损或超差工件的修复

沉积大于或等于 125  $\mu\text{m}$  的化学镀镍-磷镀层,可用于修复磨损的工件和挽救超差的工件。随着镀层厚度的增加,工件表面产生球状物、有色氧化物、蚀损斑的可能性以及表面粗糙度也会增加。因此需方和供应方应相互协商,来确定这些缺陷的可接受程度。磷含量大于或等于 10% 的镀层对于低磷含量或中磷含量的镀层而言,由于其较低的内应力,较高的延展性和较高的耐腐蚀性,更适于修复磨损或超差的工件。增强镀层附着力的热处理工序参见附录 A。

当镀层厚度超过 125  $\mu\text{m}$  时,有时会在化学镀镍之前采用电镀镍底层的办法。在化学镀镍之前经过电镀镍的工件要进行切削加工至合适的尺寸。

#### C.5 提高难焊接金属的可焊接性

大于 2.5  $\mu\text{m}$  的化学镀镍-磷镀层可用于提高诸如铝以及其他难焊接的合金的可焊性。焊接时通常需要使用适度的松香助焊剂。

#### C.6 不同使用条件下的附加要求

性质相同的化学镀镍-磷镀层不适于在容易产生对磨的条件下使用,除非镀层表面有润滑剂。

不推荐在有弯折或抵抗冲击力要求的条件下使用中磷含量和低磷含量的镀层。在焊接被镀覆工件时应采取特别保护措施。由于镀层中磷的扩散,在焊接区域的镀层容易变脆。由于镀层高温硬度较低,因此不适于在同时具有高温和耐磨性要求的条件下使用。

经过使用周期性反向电流技术处理的阳极清洗后,某些含有铬和钼的钢会被钝化。而对于抗张强度低于 1 000 MPa 的钢,在使用周期性反向电流清洁处理的工序时,可以用阴极清洁处理。

基体表面的氧化物会影响镀层在其上的结合力。因此,对于许多金属,包括不锈钢和铝都需要进行特殊的清洁和活化处理。由于基体表面的氧化薄膜会导致镀覆的失败,因此基体表面要求除去氧化薄膜,以及任何会阻碍镀层在基体表面连续沉积的微观杂质。

对于铸铁和铝合金,其表面的孔隙会残留镀液或引起镀覆不均匀,从而导致腐蚀问题。因此,为了使工件能够达到理想的使用寿命,有过多孔隙的铸铁和铸铝表面需要进行特殊处理。

在含铅的铜合金中,表面的铅会污染镀液,从而导致镀层无法附着和使镀层产生孔隙。因此,在化学镀镍-磷之前,需要进行特殊处理将基体表面的铅覆盖住或去除。

## 附录 D

## (规范性附录)

## 化学镀镍-磷镀层中磷含量的化学分析法

## D.1 电感耦合等离子体(ICP)法

## D.1.1 概述

通过由电感耦合等离子体产生的发射光谱或吸收光谱的分析方法。

## D.1.2 试剂

在准备以下试验溶液时,应选用分析纯度的化学试剂以及蒸馏水或去离子水。

- a) 硝酸( $\text{HNO}_3$ )溶液 40%(体积分数),由二份体积的硝酸(密度为 1.42 g/mL)和三份体积的水配制而成。
- b) 亚硝酸钠( $\text{NaNO}_2$ )溶液 20 g/L。
- c) 高锰酸钾( $\text{KMnO}_4$ )溶液 7.6 g/L。

## D.1.3 步骤

仔细称取 0.2 g 试样,并在玻璃烧杯中将其溶解于 50 mL 的硝酸溶液中。在通风橱内逐渐加热至试样完全溶解,然后沸腾至除去棕色烟雾。用水将溶液稀释至 100 mL,加入 25 mL 高锰酸钾溶液并加热至沸腾。沸腾 5 min 后,再逐滴地加入亚硝酸钠溶液,直至沉淀的二氧化锰全部溶解。接着再沸腾 5 min,然后冷却至环境温度。最后将溶液倒入 250 mL 的容量瓶中,并用蒸馏水或去离子水稀释至刻度。塞上瓶塞并充分混合。

## D.1.4 空白试验

配制和 D.1.3 中相同的空白溶液(不含试验材料)进行空白试验。

## D.1.5 光谱分析

依照 ICP 设备的使用说明进行试验。在使用氩气 ICP 技术时,如下的光谱线会产生轻微的干涉:

Ni 216.10 nm	Cd 214.44 nm	Fe 238.20 nm
P 215.40 nm	Co 238.34 nm	Pb 283.30 nm
P 213.62 nm	Cr 284.32 nm	Sn 198.84 nm
Al 202.55 nm	Cu 324.75 nm	Zn 206.20 nm

注:电感耦合等离子体法适用于测量含磷量小于 0.5% 的化学镀镍-磷镀层中的磷含量。

## D.2 分子吸收光谱法

## D.2.1 原理

本附录规定了测定镍-磷镀层中磷含量的分子吸收光谱法。将一部分试样溶于硝酸中,用高锰酸钾氧化并以亚硝酸钠溶解二氧化锰沉淀。与钼酸铵和钒酸铵溶液作用后,用波长大约 420 nm 的光谱测量溶液的吸光率。

## D.2.2 试剂

## D.2.2.1 概述

在分析过程中,只能用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

## D.2.2.2 溶解和氧化用试剂

- a) 硝酸溶液 40%(体积分数),由二份体积的硝酸(密度大约 1.42 g/mL)和三份体积的水配制而成。
- b) 亚硝酸钠溶液 20 g/L。

c) 高锰酸钾溶液 7.6 g/L。

#### D.2.2.3 钼酸盐-钒酸盐溶液

将 20 g 钼酸铵和 1 g 钒酸铵分别溶解于热水中。混合上述两种溶液,加入 200 mL 硝酸(密度大约 1.42 g/mL),再用水稀释至 1 L,充分混合。

#### D.2.2.4 磷标准溶液(每升含磷 100 mg)

称量 0.439 2 g 磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )溶解于水,再将此溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,充分混合。

1 mL 此标准溶液含磷 0.1 mg。

#### D.2.3 设备

##### D.2.3.1 普通实验室设备

##### D.2.3.2 分光光度计或光电吸收计

该设备装有滤光镜,可在波长约为 420 nm 时提供最大透射率。并装配有光程为 10 mm 的光学吸收池。

#### D.2.4 步骤

##### D.2.4.1 试验溶液的制备

- 称量 0.19 g~0.21 g 试样,精确至 0.1 mg,移入盛有 50 mL 硝酸溶液[D.2.2.2 a)]的烧杯中溶解。
- 慢慢加热,直至试样完全溶解。然后沸腾至除去棕色烟雾。
- 稀释溶液至大约 100 mL,加热至沸腾,再加入 25 mL 高锰酸钾溶液[D.2.2.2 c)]
- 加热溶液沸腾 5 min。
- 逐滴加入亚硝酸钠溶液[D.2.2.2 b)],直至二氧化锰沉淀溶解。
- 加热溶液沸腾 5 min,然后冷却至室温。
- 将溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,充分混合。

##### D.2.4.2 空白试验

使用与测定试验相同的所有试剂用量,相同方法,并与测定试验同时进行没有试样的空白试验。

##### D.2.4.3 校准表的制备

取一组 100 mL 容量瓶,注入表 D.1 中所示容量的磷标准溶液(D.2.2.4)。

表 D.1 磷校准溶液的制备

磷标准溶液的容量/ mL	磷的对应质量/ mg
0	0
2	0.2
4	0.4
6	0.6
8	0.8
10	1.0

每瓶磷标准溶液按如下方法处理:

- 加 25 mL 钼酸盐-钒酸盐溶液(D.2.2.3),加水至刻度充分混合。使溶液静置 5 min。将溶液注满一个光学吸收池。
- 使用最大吸收波长大约为 420 nm 的光谱计或装配了适当滤光镜的光电吸收计进行光谱测量。在所有情况下都要对照水的吸收率调整仪器校零,从其他校准溶液中减去校准对比溶液

GB/T 13913—2008/ISO 4527:2003

的吸收率。

c) 绘制曲线图。例如以校准溶液含磷量的质量(mg)为横坐标,对应吸收率为纵坐标。

**D.2.5 测定**

a) 移取 10 mL 试验溶液至 100 mL 容量瓶中,加 50 mL 水、25 mL 钼酸盐-钒酸盐溶液,加水至刻度,充分混合,使溶液静置 5 min,再用此溶液注满一个光学吸收池。

b) 按 D.2.4.3 b) 中的叙述进行光谱测量。

**D.2.6 测定结果**

采用校准表,确定相当于光谱测量法所得的磷含量。

磷含量,以质量分数表示,用以下公式计算:

$$\text{磷含量} = \frac{2.5(m_3 - m_4)}{m}$$

式中:

 $m_3$  —— 试样溶液含磷的质量,单位为毫克(mg); $m_4$  —— 空白试样溶液含磷的质量,单位为毫克(mg); $m$  —— 试样的质量,单位为克(g)。