

ICS 71.060.99
G 14
备案号:37842—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4319—2012

铁镍钨合金电镀液

Electrodeposited ferrum-nickel-tungsten alloy

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
本标准由中国石油和化学工业联合会提出。
本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。
本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院。
本标准主要起草人:王彦、李光明、王莹。

铁镍钨合金电镀液

1 范围

本标准规定了铁镍钨合金电镀液的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于铁镍钨合金电镀液。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志
GB/T 5270—2005 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 6461—2002 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 6462 金属和氧化物覆盖层 厚度测量 显微镜法
GB/T 6678 化工产品采样总则
GB/T 6680 液体化工产品采样通则
GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
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 10125—1997 人造气氛腐蚀试验 盐雾试验
GB/T 21390 游标、带表和数显高度卡尺
HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备
HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备
HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备
JB/T 7704.2—1995 电镀溶液试验方法 覆盖能力试验
JB/T 7704.4—1995 电镀溶液试验方法 分散能力试验
JB/T 7901 金属材料实验室 均匀腐蚀全浸试验方法

3 要求

3.1 按照本标准规定的试验方法检测铁镍钨合金电镀液应符合表1技术要求。

表1 铁镍钨合金电镀液的技术要求

项 目	指 标
硫酸亚铁(FeSO_4) $w/\%$	2~8
硫酸镍(NiSO_4) $w/\%$	3~10
钨酸钠(Na_2WO_4) $w/\%$	2~8

3.2 按照本标准规定的试验方法检测铁镍钨合金电镀液的电镀能力应符合表2的技术要求。

表 2 铁镍钨合金电镀液的电镀能力的技术要求

项 目	指 标
覆盖能力试验/%	≥ 95
分散能力试验/%	≥ 60

3.3 按照本标准规定的试验方法检测铁镍钨合金镀层应符合表 3 技术要求。

表 3 铁镍钨合金镀层的技术要求

项 目		指 标
镀层外观		光亮、半光亮或无光泽的。表面应均匀,不应有麻点、裂纹、气泡、分层或结瘤等缺陷
镀层厚度 /μm		供需双方确定
镀层硬度(HV)/0.981		450~550
镀层结合强度		镀层不应起泡、脱落或分层
镀层	中性盐雾腐蚀试验	达到 8/8vsB
耐蚀性	耐硫化钠腐蚀试验(腐蚀速率)/(mm/a) ≤	0.01

4 试验方法

4.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。挥发性物质、有机物质、有刺激性气味物质,操作时应在通风良好的通风橱中进行。

4.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水,试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

4.3 硫酸亚铁含量的测定

4.3.1 方法提要

将试样中的钨、镍分离,铁与磺基水杨酸溶液显色后利用吸光度测定铁含量。

4.3.2 试剂

- 4.3.2.1 硝酸溶液:3+2。
- 4.3.2.2 盐酸溶液:3+2。
- 4.3.2.3 氨水。
- 4.3.2.4 磺基水杨酸溶液:100 g/L。
- 4.3.2.5 混合萃取液:4-甲基-2 戊酮与乙酸异戊酯等体积混合。
- 4.3.2.6 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.050 mg;

移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.3.3 仪器、设备

分光光度计:配有 3 cm 比色皿。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、0.50 mL、1.50 mL、3.00 mL、4.50 mL、6.00 mL 铁标准溶液,分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 磺基水杨酸溶液,用氨水中和至溶液呈黄色并过量 2 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

选用 3 cm 比色皿,用分光光度计于 420 nm 处以试剂空白为参比测定各溶液的吸光度。以铁的质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.3.4.2 试验溶液的制备

称取 0.4 g 试样,精确至 0.000 2 g,加入 5 mL 硝酸溶液,置于沙浴上加热蒸至溶液体积约为 5 mL,稍冷却后用水吹洗表面皿和杯壁并使溶液体积约为 50 mL,煮沸使盐类溶解,取下稍冷。用慢速定量滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中,用盐酸溶液洗涤烧杯和沉淀数次并稀释至刻度,混匀。

移取 2 mL 溶液于 125 mL 分液漏斗中,加入 15 mL 混合萃取液,充分振荡 30 s,静置分层后,将水相放入另一分液漏斗中,水相再加入 15 mL 混合萃取液重复萃取一次,弃去水相,合并有机相。加入 15 mL 盐酸溶液,充分振荡 15 s,静置分层后,弃去水相,重复洗涤一次。

向有机相中加入 20 mL 水,振摇 30 s,静置分层后,水相放入 50 mL 容量瓶中,再向有机相中加入 15 mL 水,振摇 30 s,静置分层后,水相合并于容量瓶中。

4.3.4.3 显色和比色

于容量瓶加入 5 mL 磺基水杨酸溶液,用氨水中和至溶液呈黄色并过量 2 mL,用水稀释至刻度,摇匀。选用 3 cm 比色皿,用分光光度计于 420 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查得相应的铁的质量。

4.3.5 结果计算

硫酸亚铁含量以硫酸亚铁(FeSO_4)的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 2.720 \times 10^{-3}}{m \times \frac{2}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- 2.720——铁的质量换算为硫酸亚铁的质量的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

4.4 硫酸镍含量的测定

4.4.1 方法提要

加入酒石酸与存在的铁、钴等离子络合分离,丁二酮肟与镍生成沉淀,然后过滤、干燥、称重。

4.4.2 试剂

- 4.4.2.1 盐酸。
- 4.4.2.2 硝酸。
- 4.4.2.3 氨水。
- 4.4.2.4 酒石酸溶液:250 g/L。
- 4.4.2.5 丁二酮肟-乙醇溶液:10 g/L。

4.4.3 仪器、设备

- 4.4.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。
- 4.4.3.2 恒温水浴:控制温度 80 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.4.3.3 电热恒温干燥箱:控制温度 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.4 分析步骤

称取 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于烧杯中,加入 10 mL 盐酸,再加 4 mL 硝酸,继续加热至溶液近干。冷却后加水至约 80 mL,加入 20 mL 酒石酸溶液,用氨水溶液调节 pH 为 8~9,用中速滤纸过滤,用约 150 mL 水分数次洗涤滤纸。将滤液加热至 70 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$,加入 60 mL 丁二酮肟-乙醇溶液,搅拌均匀,于 80 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中加热 30 min。用已于电热恒温干燥箱 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 中烘至恒重的玻璃砂坩埚抽滤试液,并用 150 mL 水洗涤沉淀,于电热恒温干燥箱 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 中烘 2.5 h,称量其

质量。

4.4.5 结果计算

硫酸镍含量以硫酸镍(NiSO₄)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.5356}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——沉淀与玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

0.5356——二甲基乙二醛肟镍的质量换算为硫酸镍的质量的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

4.5 钨酸钠含量的测定

4.5.1 方法提要

试料经过氧化钠熔融,热水提取,铁、镍等形成沉淀而与钨分离。分取部分滤液,在酸性介质中,以三氯化钛将钨还原至五价状态与硫氰酸盐形成黄色配合物,在波长420 nm处测量吸光度。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 过氧化钠。

4.5.2.2 盐酸。

4.5.2.3 硫氰酸钾溶液:250 g/L,现配现用。

4.5.2.4 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.5.2.5 钨标准溶液:1 mL 溶液含钨(W)0.100 mg;

用移液管移取10.00 mL按HG/T 3696.2配制的钨标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 刚玉坩埚:30 mL。

4.5.3.2 分光光度计。

4.5.3.3 高温炉:控制温度650℃±10℃和700℃±10℃。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 工作曲线的绘制

取5个100 mL的容量瓶,分别移入0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、6.00 mL、10.00 mL钨标准溶液,分别用氢氧化钠溶液稀释至约20 mL,准确加入2.5 mL硫氰酸钾溶液,摇匀,迅速加入15 mL盐酸,摇匀,立即置于冰水浴中冷却至室温,依次加入1 mL次磷酸钠溶液、1 mL三氯化铝溶液,摇匀,再加入1.5 mL三氯化钛溶液,摇匀,用水稀释至刻度,摇匀备测。

在420 nm波长下,用1 cm比色皿,以水为参比,将分光光度计的吸光度调整为零,测量其吸光度。以钨的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.5.4.2 试验溶液的制备

称取0.5 g试样,精确至0.0002 g,置于刚玉坩埚中,于电炉上加热至干,冷却。用4 g过氧化钠覆盖,加盖,置于预先升温至650℃±10℃的高温炉中,升温至700℃±10℃保持5 min~7 min,至熔融物刚呈全熔状态。取出,稍冷,将刚玉坩埚及盖置于200 mL烧杯中,加入50 mL热水,盖上表面皿,煮沸3 min~5 min,取下并洗涤表面皿后除去,洗涤并移走坩埚和盖,控制体积在70 mL左右。烧杯置于流水中冷却后,将试液移入250 mL容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,放置澄清或干过滤。

4.5.4.3 空白试验溶液的配制

在制备试验溶液的同时,除不加试样外,其他操作和加入的试剂量与制备试验溶液相同。

4.5.4.4 测定

移取 5.00 mL 试验溶液和空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,按照 4.5.4.1 中“分别用氢氧化钠溶液……”,直至测量其吸光度进行操作。

从试样溶液的吸光度中减去空白试验溶液的吸光度,由工作曲线上查出试样中钨的质量(mg)。

4.5.5 结果计算

钨酸钠含量以钨酸钠(Na_2WO_4)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 1.598 \times 10^{-3}}{m \times \frac{5}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得钨的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

1.598——钨的质量换算为钨酸钠的质量的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

4.6 覆盖能力试验

按 JB/T 7704.2—1995 的 4.1 直角阴极法进行测定,并计算出覆盖能力。

4.7 分散能力试验

按 JB/T 7704.4—1995 中 3.1 远近阴极法进行测定并进行判定。

4.8 镀层外观

镀层的外观可为光亮、半光亮或无光泽的。目视检查时,表面应均匀,不应有麻点、裂纹、气泡、分层或结瘤等缺陷。

镀层的外观取决于基体的光亮度和平整度,镀前基体金属上存在的缺陷包括隐蔽缺陷,可能在镀层上重现。

镀后热处理,镀层可能产生斑点和变色。经有关各方协商同意,可允许存在这样的缺陷。

4.9 镀层厚度

4.9.1 工程量具测量法

选用符合 GB/T 21390 规定的卡尺,选定镀件的上、中、下几个参考点,电镀前后在相应几处测量工件的尺寸,通过差减法得到镀层的厚度。

4.9.2 显微镜法

按照 GB/T 6462 进行测定。

4.10 镀层硬度

按照 GB/T 9790 测定镀层的维氏硬度。

4.11 镀层附着强度

按照 GB/T 5270—2005 中 2.8 划线和划格试验、2.9 弯曲试验、2.11 拉力试验和 2.12 热震试验进行测定。

4.12 镀层耐蚀性

4.12.1 中性盐雾腐蚀试验

按照 GB/T 10125—1997 中的中心盐雾试验(NSS 试验)进行试验,并按照 GB/T 6461—2002 进行评级。

4.12.2 耐硫化钠腐蚀试验

使用 50 g/L 硫化钠溶液,浸泡温度为 25 ℃,浸泡时间为 200 h,操作及结果表示按照 JB/T 7901—1999 进行。

5 检验规则

5.1 本标准要求中的所有指标项目均为出厂检验项目,应逐批检验。

5.2 用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的铁镍钨合金电镀液为一批,每批产品不超过 3 t。

5.3 按 GB/T 6678 或 GB/T 6680 的规定确定采样单元数。将桶内产品混匀,用玻璃采样管从每桶的中部采样,所采样品总量不得少于 500 mL。将采得的样品混匀后,分装于两个清洁干燥的聚乙烯塑料瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号和生产日期。一瓶供分析检验用,一瓶保留三个月备查。

5.4 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

5.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 铁镍钨合金电镀液包装桶上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、规格、净含量、批号或生产日期和本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”、“怕晒”和“向上”标志。

6.2 每批出厂的铁镍钨合金电镀液都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号(或生产日期)和本标准编号。

7 运输、贮存

7.1 铁镍钨合金电镀液应用聚乙烯塑料桶包装。每桶净含量 45 kg。或根据用户要求协商确定包装方式。

7.2 铁镍钨合金电镀液在运输过程中,防止雨淋,不应受潮和包装不应受到污损。

7.3 铁镍钨合金电镀液不应与碱混贮混运。产品保质期为不少于 15 天。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
铁 镍 钨 合 金 电 镀 液

HG/T 4319—2012

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011）

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 13 千字

2013 年 2 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·1365

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换

定价：10.00 元

版权所有 违者必