

## 中华人民共和国机械行业标准

JB/T 7508—94

---

### 光亮镀镍添加剂技术条件

1994-10-25 发布

1995-10-01 实施

中华人民共和国机械工业部 发布

# 光亮镀镍添加剂技术条件

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了光亮镀镍添加剂的技术要求,试验方法,检验规则,标志、包装和储运。

本标准适用于电镀工业中酸性光亮镀镍添加剂。电镀光亮镍-铁合金添加剂亦可参照本标准使用。

本标准不适用于电镀半光亮镍、高硫镍的添加剂。

## 2 引用标准

- GB 191 包装储运图示标志
- GB 619 化学试剂 取样及验收规则
- GB 5270 金属基体上的金属覆盖层附着强度试验方法
- GB 9798 金属覆盖层 镍电镀层
- SJ/Z 1172 电镀溶液分散能力的测定方法
- SJ/Z 1173 电镀溶液电流效率的测定方法

## 3 技术要求

### 3.1 添加剂的外观

添加剂应为透明或半透明液体,无沉淀和分层。

### 3.2 添加剂的水溶性

添加剂应完全溶解于水。

### 3.3 添加剂的电镀性能

添加剂的电镀性能应符合表 1 技术要求。

表 1

项 目	技 术 要 求
赫尔槽试验	合格(见 4.3.5 条)
分散能力	$\geq -20\%$
深镀能力	$\geq 50\%$
阴极电流效率	$\geq 90\%$
整平能力	$\geq 1.0$
镀层光泽 <sup>1)</sup>	$\geq 580\%$ (60°入射角)
镀层结合力	镀镍层与基体、镀层之间无分离
镀层延展性	$>8\%$ (延伸率)
添加剂消耗量	应符合产品规定要求

注: 1) 光泽值是相对值,无量纲。

## 4 试验方法

### 4.1 添加剂外观

在常温下,将添加剂注入直径 15~20 mm 的无色透明玻璃试管中,在自然光下观察,其结果符合 3.1 条的技术要求为合格。

### 4.2 水溶性试验

取 5 mL 添加剂注入 50 mL 的比色管中,用去离子水稀释至刻度,摇匀。其结果符合 3.2 条的技术要求为合格。

### 4.3 赫尔槽试验

#### 4.3.1 试验仪器

- a. 赫尔槽试验装置(267 mL 赫尔槽);
- b. 药物天平;
- c. 烧杯、量筒、漏斗;
- d. 酸度计或精密 pH 试纸。

#### 4.3.2 试剂和镀液

##### 4.3.2.1 试剂

- a. 硫酸镍( $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ );
- b. 氯化镍( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ );
- c. 硼酸( $\text{H}_3\text{BO}_3$ );
- d. 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\rho=1.84 \text{ kg/L}$ );
- e. 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )。

上述化学试剂为化学纯试剂。

##### 4.3.2.2 镀液

按硫酸镍 300 g/L,氯化镍 50 g/L,硼酸 40 g/L 称取,用蒸馏水配制。

按添加剂规定的加入量,将添加剂用水稀释后加入镀液中。用硫酸溶液(1+9)或 5%(m/m)氢氧化钠溶液将镀液 pH 调至规定值内,即可作为试验镀液。

#### 4.3.3 阴极试片和阳极

4.3.3.1 阴极——用 100 mm×70 mm,0.5~1 mm 厚的黄铜板(H62-Y<sub>2</sub>)或紫铜板,经打磨抛光后,其表面平整,粗糙度  $R_a$  为 0.41~0.63  $\mu\text{m}$ 。

4.3.3.2 阳极——电解镍板(纯度  $\geq 99.9\%$ )。

#### 4.3.4 试验步骤

取 250 mL 镀液注入赫尔槽中,将阳极和经常规镀前处理后的阴极试片置入槽中,按产品规定的温度和搅拌要求,在电流强度为 0.5 A 电镀 5 min 和电流强度为 2 A 电镀 10 min 的条件下,分别镀出两种试片,水洗干燥后进行检测。

在上述相同工艺条件下,试验至少进行三次。

#### 4.3.5 结果评定

在 0.5 A 电流强度下电镀 5 min 的试片上,应无漏镀部分。在 2 A 电流强度下电镀 10 min 的试片上,低电流密度端的非光亮镀层区域应小于 15 mm,高电流密度端的粗糙发黑镀层区域应小于 1 mm。符合上述要求即为合格。

## 4.4 分散能力测定

分散能力的测定应按 SJ/Z 1172 规定的称重法(远近阴极法)进行。在试验中,K 值选用 3,阴极片背面绝缘。测定结果按式(1)计算:

$$T = \frac{K - \frac{m_1}{m_2}}{K + \frac{m_1}{m_2} - 2} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $T$ ——分散能力, %;

$K$ ——远、近阴极距阳极距离之比;

$m_1$ ——近阴极所得镀层质量, g;

$m_2$ ——远阴极所得镀层质量, g。

分散能力值符合表 1 技术要求为合格。

#### 4.5 深镀能力测定

用内孔法测定其深镀能力。

##### 4.5.1 试验设备

a. 试验室电镀装置;

b. 测量尺(精度 0.02 mm)。

##### 4.5.2 试剂与镀液

按 4.3.2 条规定。

##### 4.5.3 阴极试样和阳极

4.5.3.1 阴极——内径为  $\phi 10 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$  的紫铜管, 管内壁经 320<sup>#</sup> 水磨砂纸打磨后管口一端封闭, 形成盲孔。

4.5.3.2 阳极——按 4.3.3.2 条规定。

##### 4.5.4 试验步骤

将镀液注入适当的镀槽中, 单面放置阳极, 阴极试样经常规镀前处理后置入镀槽, 使试样的管口正对阳极, 管口至阳极的距离为 50 mm。按产品规定的温度和搅拌要求, 在 2 A 的电流强度下, 电镀 15 min, 将电镀后的铜管试样纵向锯开, 用测量尺量度铜管内壁镀镍层光亮区域的长度, 作为镀入深度。

##### 4.5.5 结果评定

用测得的镀入深度与管孔内径之比的百分数, 表示深镀能力值。其值符合表 1 技术要求为合格。

#### 4.6 阴极电流效率测定

阴极电流效率的测定应按 SJ/Z 1173 规定的方法进行。

#### 4.7 整平能力测定

用假正弦波法测定其整平能力。

##### 4.7.1 试验原理

用人工方法制造有规则的微观表面的“波峰”和“波谷”, 以模仿实际试件上的微观粗糙表面。通过电镀后测量“峰”和“谷”处振幅(镀层厚度)的变化, 评定其整平能力。

##### 4.7.2 试验仪器

a. 带摄影装置的金相显微镜;

b. 金相镶嵌机;

c. 金相抛光机;

d. 试验室电镀装置。

##### 4.7.3 试剂、镀液及工艺条件

###### 4.7.3.1 试剂

a. 镀铜试剂: 氰化亚铜 ( $\text{CuCN}$ )、氰化钠 ( $\text{NaCN}$ )、无水碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )、酒石酸钾钠 ( $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )、氢氧化钠 ( $\text{NaOH}$ ), 试剂为化学纯试剂。

b. 镀镍试剂按 4.3.2.1 条规定。

## 4.7.3.2 镀液及工艺条件

a. 镀铜:按氰化亚铜 30 g/L,氰化钠 40 g/L,无水碳酸钠 20 g/L,酒石酸钾钠 30 g/L,氢氧化钠 10 g/L 配制。其工艺条件为:温度 50~60℃,阴极电流密度 100~300 A/m<sup>2</sup>(1~3 A/dm<sup>2</sup>)。

b. 镀镍溶液按 4.3.2.2 条规定。

## 4.7.4 阴极试样和阳极

## 4.7.4.1 阴极试样

直径  $\phi 5$  mm 的铜棒,在铜棒一端,从偏离圆心处垂直于圆截面锯开一条长约 20 mm 的缝。用 0.15 mm 的裸铜线沿铜棒锯开段外表面有规则地紧密缠绕,使其剖面成为有规则的假正弦波形,用作阴极试样。

## 4.7.4.2 阳极

a. 镀铜阳极——电解铜板(纯度  $\geq 99.9\%$ )。

b. 镀镍阳极——按 4.3.3.2 条规定。

## 4.7.5 试验步骤

将镀铜、镀镍溶液分别注入两个适当的烧杯中,并分别置入阳极。按照工艺条件规定的温度,分别将两镀液加热至规定的温度值内。

阴极试样经常规镀前处理后,带电置入镀铜槽,在规定的电流密度下(见 4.7.3.2 条),电镀 0.5 min。镀铜后的试样经水洗,弱浸蚀水洗后,再置入镀镍槽中,按产品规定的电流密度值,电镀 15 min。

镀镍后的试样按上述方法再镀铜,如此铜镍相间循环共镀六次。镀铜镀镍的循环电镀时间见表 2。

表 2

min

镀铜时间	0.5 <sup>1)</sup>	3	3	3	3	3	20 <sup>2)</sup>
镀镍时间	15	10	10	10	10	10	

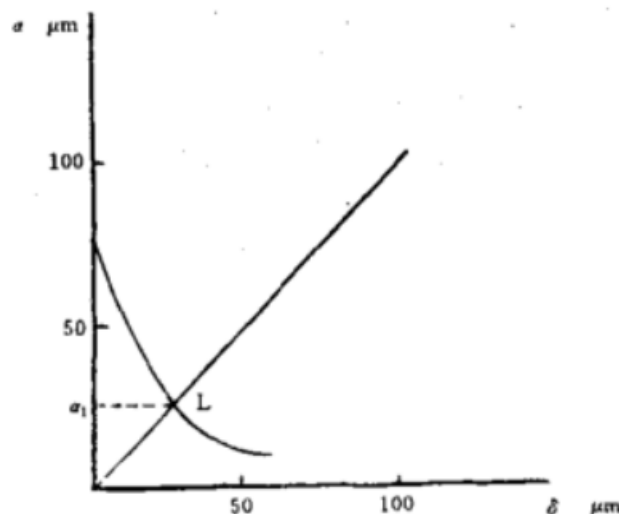
注: 1) 作为镀铜打底。

2) 作为加厚保护。

将电镀后的试样沿锯缝用刀剖开,锯下绕线部分,然后制成金相试样,在 300 倍金相显微镜下观测,并与同倍数测微标尺一同摄影,制出金相照片。

## 4.7.6 结果评定

a. 用测微标尺照片,在金相试样照片上测量各个时间(各层镍)的假正弦波振幅  $\alpha$  和波峰处镀镍层的累积厚度  $\delta$ ,并作  $\alpha$ - $\delta$  关系曲线,如图 1。

图 1 假正弦波振幅  $\alpha$  与波峰镀镍层累积厚度  $\delta$  的关系

b. 在图中作  $\alpha=\delta$  直线,与曲线相交于 L 点。

c. 读出 L 点在  $\alpha$  轴上的投影数值  $\alpha_1$ , 代入式(2), 求得整平能力值。

$$E = \frac{0.41\alpha_0 - \alpha_1}{\alpha_1} \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $E$ ——整平能力;

$\alpha_0$ ——镀镍层厚度为零时, 假正弦波振幅, 即铜丝半径,  $\mu\text{m}$ ;

$\alpha_1$ ——假正弦波振幅  $\alpha$  等于波峰上累积镀层厚度  $\delta$  时的振幅,  $\mu\text{m}$ 。

d. 整平能力符合表 1 技术要求为合格。

#### 4.8 镀层光泽测定

##### 4.8.1 试验仪器

a. 光泽度计;

b. 试验室电镀。

##### 4.8.2 试剂和镀液

按 4.3.2 条规定。

##### 4.8.3 试样

用 70 mm×70 mm 的平整黄铜板(H62-Y<sub>2</sub>), 经打磨抛光后, 其表面粗糙度  $R_a$  为 0.41~0.63  $\mu\text{m}$ , 并按 4.8.4 条方法测量其光泽值在 350%~400%。试样经除油、浸蚀、水洗后, 在镀镍溶液中, 按产品规定的电镀工艺条件, 电镀  $15\pm 3 \mu\text{m}$  厚的镍层, 作为试样。

##### 4.8.4 测定

用仪器标准板对光泽计进行校准(每次测量前均需进行校准)。然后在试样同一面上两个互相垂直方向上的上、中、下位置测量三点, 取六点测量的算术平均值作为测量结果。其值符合表 1 技术要求为合格。

#### 4.9 镀层结合力试验

##### 4.9.1 试剂和镀液

按 4.3.2 条规定。

##### 4.9.2 试样

a. 用 100 mm×50 mm, 0.5~1 mm 厚的铜板, 经常规镀前处理后, 按产品规定的工艺条件, 电镀  $15\pm 3 \mu\text{m}$  厚的镍层, 作为镀层与基体金属结合力试验试样。

b. 按上述方法, 试样镀镍后, 再镀一层装饰铬, 作为镀镍层与表面镀层结合力试验试样。

##### 4.9.3 试验评定

镀层结合力试验应按 GB 5270 中规定的任意两种方法进行。其结果符合表 1 技术要求为合格。

#### 4.10 镀层延展性测定

镀镍层延展性测定应按 GB 9798(附录 B)中规定的方法进行, 其结果符合本标准表 1 技术要求为合格。

#### 4.11 添加剂消耗量测定

##### 4.11.1 试验仪器

a. 直流安培小时计;

b. 试验室电镀装置。

##### 4.11.2 试剂与镀液

按 4.3.2 条规定。

##### 4.11.3 阴极试样和阳极

a. 阴极——100 mm×50 mm, 0.5~1 mm 厚的黄铜板(H62-Y<sub>2</sub>)或紫铜板, 经打磨抛光后, 其表面粗糙度  $R_a$  为 0.41~0.63  $\mu\text{m}$ 。

b. 阳极——按 4.3.3.2 条规定。

#### 4.11.4 试验步骤

取适量镀液注入烧杯中,置入阳极,将镀液加热到产品规定的温度并进行恒温,同时采取适当的搅拌。

串联直流安培小时计,将镀前处理后的阴极试片置入镀槽,按产品规定的电流密度,通入电流,进行预镀,以电镀第 2 Ah 的全光亮试片做为基准试片,每通电 1 Ah,取出试片观察镀层是否全光亮,当预镀到与基准试片比较,镀层出现轻微失光或局部发雾时,预镀结束。

在该镀液中按产品规定的补加量,补加添加剂,仍按上述方法进行电镀,直至试片与基准试片比较,镀层再次出现轻微失光或局部发雾时,记录补加添加剂后的电镀安时数和添加剂补加量,并计算出每千安时消耗添加剂的毫升量。

在该镀液中按上述试验方法重复进行 3~5 次,并将各次试验计算值的算术平均值作为试验结果值。

镀液中,由于添加剂的不断补加,添加剂的副产物在镀液中不断积累,致使镀液发生“老化”现象,因此为了同时评价镀液的使用寿命,每升镀液累计通电量应不低于 200 Ah。

注:① 在上述试验电镀过程中,应使镀液始终保持在正常工艺条件内。

② 在试验过程中,应适时更换试片。

#### 4.11.5 结果评定

试验结果符合表 1 技术要求为合格。

### 5 检验规则

5.1 添加剂应由生产单位质检部门进行检验。生产单位应保证产品符合本标准的要求。合格产品应附有合格证书方可出厂。

5.2 使用单位有权按照本标准规定对所收到的产品进行验收。

5.3 检验取样应按 GB 619 进行。一次投料为一批,每批取样总量应不少于 1000 mL。

5.4 若检验结果中有一项指标不符合本标准要求,应增加三倍数量取样复检,若仍不合格,则该批产品不合格。

5.5 添加剂有效期一般为一年,对过期的添加剂应按本标准要求进行检查,合格后方可使用。

### 6 标志、包装和储运

#### 6.1 标志

添加剂产品包装应有产品名称、生产单位名称、产品批号、净重、生产日期及有效日期,检验员、包装员编号等标志。运输图示标志按 GB 191 的规定。

#### 6.2 包装

产品采用塑料桶,外用瓦楞纸箱或木箱包装。

#### 6.3 储运

添加剂产品应放置在远离热源的阴暗干燥处,应防止被其他化工产品污染。运输过程中应轻装轻卸,防止重压、倒置、日晒、雨淋。

#### 附加说明:

本标准由机械工业部武汉材料保护研究所提出并归口。

本标准由武汉材料保护研究所负责起草。

本标准主要起草人:钟立群、谢锐兵、孙友松。