

产品使用说明书

镍封电镀工艺 30318

目 录

1. 特点.....	2
2. 工艺流程.....	2
3. 设备.....	3
4. 镀液配制及工艺参数.....	5
5. 溶液成份添加性能和操作因素.....	5
6. 镀液净化.....	5
7. 故障排除.....	6
8. 废水处理.....	6
9. 分析方法.....	6



一、特点

1. 30318 应用于无针孔的镀层上时，效果极佳。30318 不能平整底层的孔隙，是这种孔隙经常与底材金属有缺陷或金属的错误处理有关，并且将导致过早腐蚀。
2. 30318 镍封电镀工艺是用在光亮镍与铬镀层之间的中间镀层，以获得优异的防腐蚀性能。
3. 30318 镍封电镀工艺对光镍镀液中带入的镍 30019 湿润剂等不太敏感。
4. 30318 镍封电镀工艺含有一定量的不导电颗粒，在光亮镍镀层上镀一层薄（1.0-2.5 微米）镍封层，再镀铬形成微孔铬，大大提高了防腐蚀能力。
5. 30318 镍封电镀工艺给工件的上层，面部和底部区域提供非常均匀的微孔分布。
 - * 为保证微孔铬的耐腐蚀保护能力，光亮铬镀层厚度应该保持在 0.8 微米以下。
 - * 为保证镀层的耐腐蚀性能，必须不断监测各系数，并使用适合的方法，例如用镀铜法（Dubpernell）测试微孔数和测量光亮镍和镍封之间的电位差。
 - * 根据标准，微孔数必须保持在 10,000 颗粒/平方厘米以上（镀铜法）。30318 镍封的电位差值应该比光亮镍正约 20-50MV。微孔数的测定，应指定在工件上某一位置和由同一位人员测定操作。

二、工艺流程

可直接把工作从 30317 光亮镍溶液转入 30318 镍封溶液，衔接时间越短越好。

当挂镀和转接时间较长，比如镀汽车保险杆时，在转入 30318 镍封溶液时，挂具顶部或接近顶部的地方，光亮镍镀层有干燥的趋势。通常不会在镀层上产生可见的缺陷，但可引起加速测试的局部不良现象。这个问题使用不带电 30318 镍封溶液来解决，待工件进入 30318 镍封溶液后约 5-10 秒才可通电即可。

30318 镍封最佳电镀时间是 3 分钟。然而，时间短至 1 分钟会明显提高镀液的使用寿命。为配合自动设备的需要，时间可长达 5 分钟。30318 镍封后，在镀铬前，至少三道水洗。为减少镀液的带出量，工件出槽时可采用喷雾淋洗的方式，然后再进行冷水洗。这已成功地使用在生产上。

为获最佳抗蚀性能，铬镀层平均厚度不要超过 0.8 微米。当 30318 镍封应用于单层光亮镍电镀时，效果更明显。

在镀铬前，在 30318 镍封镀层上退铬，电解除油粉，活化或抛光，均会减低 30318 镍封的良好效果。当 30318 镍封应用于单层光亮镍时最明显。对铬镀层不建议进行上色或抛光。



三、设备

镀槽材料 PP, CPVC, PVC, 或内衬合适塑料的柔钢。

加热 可以用石英, PTEE, 聚四氟乙烯, 钛电热笔加热。

阳极 建议使用电解镍阳极。阳极袋不是必需的, 但若要使用, 须保证阳极袋口比液面高 50-80 毫米, 以避免颗粒在阳极袋中积聚。阳极袋亦会吸附颗粒, 应经常清洗。

阳极袋用 DyneI 或 15×11 针/厘米聚丙烯, 使用前必须用 5%硫酸溶液及热水彻底清洗。

阳极篮材料是钛。

阳极挂钩材料是蒙耐合金或者钛。

机械搅拌 建议使用

	冲程幅度	每分钟来回摆
横向	~100 毫安	20 -50 (可调整的)
纵向	~60 毫安	20-30 (可调整的)

空气搅拌 附有自动开关功能的间断式空气搅拌。

可根据工件的形状和电镀条件调整空气搅拌的开关周期。一般类型的工件可以 10 秒开/10 秒关一周, 较复杂的工件可选择 30 秒开/30 秒关。

气管分布设计应以镀液能均匀循环搅拌以避免 30318 镍封中的固休颗粒沉积在气量流动低的“死角”区, 亦应避免气体直接冲向阳极。气管应设计成环状或附有独立空气开关掣的多管道, 由低压无油气泵供气。

空气搅拌应该使泡沫远离阴极区域。

停产时, 比如周末, 最好继续维持空气搅拌, 避免镍封颗粒沉淀于槽底。



镀液循环 必须保证镀液每小时循环 2-6 次，以使得镀液均匀，并且在停产，比如周末，也必须将循环打开。

太弱的镀液循环还会使得颗粒过快沉降，过快的循环会降低颗粒数。为了让电镀槽底部的电镀液重新获得应用，可使用小的泵，轻轻的让电镀槽底部或边缘区域的电镀液流动起来。
磁力搅拌和叶轮搅拌泵会破坏颗粒，因而不建议使用。
打气管必须分布在槽底的整个区域。

过滤 镀液不需要连续循环过滤以避免颗粒被除去，但需不定期进行过滤以净化镀液，可用 1 微米 PP 聚丙烯滤芯或 5 微米滤纸过滤，同加入活性炭进行净化处理。

四、镀液配制及工艺参数

镀液配制所需材料及工艺参数	最佳	范围
硫酸镍	300 克/升	230-350 克/升
氯化镍	60 克/升	45-80 克/升
硼酸	45 克/升	40-50 克/升
光亮剂 30317A	0.1 毫升/升	0.1-0.3 毫升/升
柔软剂 30317B	4 毫升/升	2-6 毫升/升
湿润剂 30019	0.5 毫升/升	0.2-1 毫升/升
电位调整剂 30934	0.15 毫升/升	0.1-0.2 毫升/升
液体镍封 30318	10 毫升/升	8-15 毫升/升
温度	55° C	52-60° C
PH 值	4.6	4.4-4.9
电流密度 阳极	< 3.0 安培/平方分米	
电流密度 阴极	3.0 安培/平方米 (2.0-5.0 安培/平方分米) 使用的电流必须小于或者等于光亮镍电镀中的电流。	
电流	波纹率小于 5%	
阴极效率	94-96%	
电压	12-18V	
沉积速率	在电流密度 3 安培/平方分米的条件下，每 3 分钟沉积 1.8 微米。	

注意：温度超过 60° 会使镀液的水分蒸发较快。

镀液的 PH 必须每 2 小时测定一次，以保持的工艺范围内，可以使用 10% (V/V) 的硫酸溶液，碳酸镍或 10% (W/W) 的碳酸氢钠溶液调整 PH 值。

阳极与阴极面积比例 1:1-2:1。



配制步骤

1. 在 70–80° C 的水中溶解所需的硫酸镍、氯化镍及硼酸，搅拌使其完全溶解。若使用不锈钢做电镀槽，则必须内衬合适陶瓷材料，或者使用不锈钢（316 号钢），PP，CPVC 或 PVC。要溶解 35.5 公斤的混合镍盐，必须将不少于 40L 水加热到 80° C 才能将其完全溶解。
2. 加入 4g/L 的活性炭（广化牌），活性炭需要搅拌至少 60 分钟。
3. 用过滤泵把镀液滤入清洁之电镀槽内，过滤进行期间必须保证镀液温度在 50° C 以上，避免硼酸沉淀。
4. 加入所需的惠南国际光亮剂及柔软剂，搅拌均匀。
5. 加入纯水至所需容积，并调整镀液温度至操作范围。
6. 在空气搅拌下使用 10% (V/V) 的硫酸溶液、碳酸镍或者碳酸氢钠溶液调整 PH 至 4.7–4.8，较大范围的 PH 调整优先使用碳酸镍。1ml/L 的 10% (V/V) 的碳酸氢钠溶液，能增加 30318 镍封的 PH 值大约为 0.2。
7. 使用不锈钢电解板（除油，电镀镍后）电解镍封镀液，1.5–2.5 安培/平方分米，电解时间为 2 安培时/升。
8. 如有必要，可使用赫尔槽来调整镀液。
9. 添加液体镍封 30318 时必须遵照以下的操作步骤来开缸和维护颗粒数。

注意：液体镍封 30318 在开缸时，应分两次添加，中间间隔 2 小时，每一步，50%开缸量的液体镍封 30318 加入到镀液中。

注意：以下步骤 1 至步骤 4 依次进行，直至 50%开缸量的液体镍封 30318 加入到镀液中，然后空气搅拌 2 小时，待颗粒均匀分布后重复步骤 1 至步骤 4，加入余下 50%开缸量的液体镍封 30318。

①液体镍封 30318 在添加前需要用特殊的搅拌器彻底搅拌均匀，这种搅拌器（2000 转/分+搅拌棒“PR32”直径 ϕ 60 毫米，100–400 毫米）能均匀地搅拌镀液 5 分钟直至溶液与颗粒完全混合，没有颗粒在表面浮游。

②注意：这种固体颗粒不会溶解。

③强烈的空气搅拌能加快 30318 镍封颗粒的分散。

注意：有部份固体颗粒未完全分散前，必须暂停添加 30318 镍封，需要通过不断搅拌等完全混合后才能继续添加。

注意：为了防止只有部份 30318 镍封加入到镀液中，必须避免在添加前部份固体成份沉积在桶的底部。

④根据以上步骤，直到需要量的 30318 镍封加入到电镀槽中。

注意：30318 镍封在开缸时，分两步添加：先按照 50%开缸量的 30318 镍封加入到镀液中，经过 2 小时搅拌均匀后再加入余下的 50%开缸量的 30318 镍封。

10. 调整镀液的 PH 值到 4.7–4.8 时，需要在打气的情况下用 10% (V/V) 硫酸溶液或者碳酸氢钠溶液调整。1ml/L 的 10% (W/W) 的碳酸氢钠溶液，能增加 30318 镍封镀液的 PH 值大约为 0.2。

11. 用半光镍控制和调整光亮镍与 30318 镍封之间的电位差。

12. 为了防止颗粒的沉淀，必须一直保持空气搅拌和镀液循环。



五、溶液成份、添加剂性能和操作因素

1. 硫酸镍、氯化镍和硼酸

30318 镍封溶液中这些成份的浓度应保持在所限范围内。尤其重要的是，硼酸的含量接近（但不高于）45g/L。

2. 30317A 镍光亮剂

30317A 光亮剂浓度一般由前面光亮镍溶液的带入来补充，其浓度则有赖光亮剂的含量和带出率。

通常，防止光亮镍镀层发暗，只需添加镍光亮剂 30317A。消耗率以 100 毫升/1000 安培小时。

30317B 帮助维持宽光亮电镀范围，低应力和良好的延展性。两种光亮剂通过电解和带出消耗。

3. 30318 镍封

30318 是一种独特的乳胶体，在 30318 镍层和随后的铬镀层上得到微孔。30318 可与 30317 兼容。30318 易于添加，不需要活化固体。

30318 可直接加入到镀液或新开缸液中。大约 15 分钟溶解，并开始电镀。采用尽可能轻微的空气搅拌。

4. 电位调整剂 30934 是用来调整光亮镍与 30318 之间的电位差，每添加 0.1ml/L 可增加电位差 10MV。消耗量为 10-30ml/1000 安培小时。

5. PH 值必须保持在 3.5-4.9 之间。铁杂质过量时可在低位操作。PH 值较高可使微孔数增加，所以在范围的高限操作是有利的。



六、镀液净化

过滤

由于 30318 不能采用连续过滤，故需要每 4 个星期过滤镀液以除去旧颗粒和阳极泥（例如连续过滤至少 2 小时直至所有颗粒被除去）。

建议用 1 微米的聚丙烯滤芯或 5 微米的滤纸，一般情况下不需要使用助滤剂，在过滤泵中的活性炭能够除去光亮镍镀液带入的湿润剂。

过滤后，必须分两步加入液体 30318 镍封以保持正常的开缸浓度。

活性炭处理

必须定期使用活性炭和 0.5-3.0 毫升/升双氧水（30%）处理电镀液，以除去前面光亮镍镀液中带入的过量产物。因此，活性炭处理的间隔需要根据带入量的多少决定，一个很好的方法是测定其表面张力，如果镀液表面张力小于 45 达因/厘米，必须使用活性炭处理镀液以除去湿润剂。

净化步骤

1. 在过滤泵加入 2.5 克/升活性炭，将镀液用泵抽滤到处理槽中，这样可以将从光亮镍镀液中带入的湿润剂彻底过滤干净。
2. 让镀液冷却到 38-43° C，调整 PH 至 3.5。
3. 一边搅拌一边缓慢的加入需要量的双氧水（30%），双氧水的添加量为 0.5-3.0 毫升/升。
4. 保持搅拌并且维持温度在 38-43° C 不少于 2 小时。
5. 升高镀液的温度至 70° C 并且保持此温度不少于 2 小时，以除去过量的双氧水。
6. 加入 3-7g/L 活性炭并且在 65-70° C 下搅拌 2-4 小时。



7. 将电镀槽清洗干净，保持阳极和阳极袋干净。
8. 过滤镍封镀液干净，注入到已彻底清洁的镀槽中，没有活性碳残留在镀液中。
9. 加入适量的光亮剂、柔软剂及湿润剂，可能通过赫尔槽试验决定其添加量。
10. 补充足够的纯水至所需体积，并调整镀液温度至操作范围。
11. 一边空气搅拌一边使用 10% (V/V) 的硫酸溶液、碳酸镍或者碳酸氢钠溶液调整 PH 值至 4.7-4.8，较大范围的 PH 调整优先使用碳酸镍。
12. 开启空气搅拌，分 2 次加入 30318 镍封（可参照镀液配制步骤）。
13. 一边空气搅拌一边使用 10% (V/V) 的硫酸溶液、碳酸镍或者碳酸氢钠溶液调整 PH 至 4.7-4.8，较大范围的 PH 调整优先使用碳酸镍。
14. 测定微孔数和镀液的 PH 值，视情况补充 30318 镍封。
15. 测定镍封层与光亮镍层的电位差，视情况补充 30934。

七、故障排除

镍封颗粒不够

1. 30318 镍封浓度过低。
2. 较差的阳极袋导致颗粒在阳极袋内积聚，从而导致 30318 镍封在镀液中的实际浓度偏低。
3. 30318 镍封在添加前未搅拌均匀。
4. 镍封镀层厚度不够（<1.0 微米）
5. 镍封镀液的 PH 过低（<4.4），PH>5.0 会引起套铬问题。
6. 铬镀层太厚，超过 0.5 微米。
7. 空气搅拌不均匀或者太强。
8. 空气搅拌太弱，导致 30318 镍封颗粒沉降到槽底。
9. 电流密度太小（<2.0 安培/平方分米）或者电镀时间过短（<2 分钟）。
10. 镀液被污染（比如带入过多的湿润剂）。
11. 镀液表面太多泡沫。
12. 铁杂质的污染（>40ppm）
13. 加强活化。



镍封镀层乳白或者粗糙

1. 30318 镍封浓度过高。
2. 缺乏镍柔软剂。
3. 光亮剂不足。
4. 镍封镀液的 PH 过低。
5. 阴极附近太多泡沫。
6. 30318 镍封在添加前未搅拌均匀。

赫尔槽实验

1. 赫尔槽（250ml）测试，必须带有空气搅拌，测试温度 53-60° C。
2. 每张赫尔片电流为 2A。
3. 电镀时间为 10 分钟。
4. 镍封镀层必须是光亮的，不发雾或存在其它缺陷。
5. 镀层延展性好。

八、废水处理

水洗槽的水

将水洗槽水的 PH 调整到 9.5-10 对镍时行沉淀，再将过滤后的溶液进行中和即可。

镀镍槽废水

当浓度较高的镍废水需要回收时，很有必要将其与其它废水分开来处理。

虽然很多方法可以进行回收处理，但以下方法是最典型的：

1. 使用一个合适的电解装置进行镍的电沉积。
2. 使镍废水变成沉积的污泥，再由专门的回收处理公司进行回收。

如果不能使用这些方法，镍废水可以跟无络合剂的废水一起进行处理，方法是将混合废水的 PH 值调整到 9.5-10。为了获得更好的沉淀，必须在将废水送往污水处理厂前将废水稀释 10 倍。

为获得更好的絮凝效果，我们建议添加絮凝剂。



九、分析方法

总镍含量之分析

1. 用移液管取试液 1.0 毫升于 250 毫升三角锥瓶中。
2. 加入 200 毫升纯水。
3. 加入 10 毫升浓氨水。
4. 加入 0.2 克紫脲酸铵指示剂。
5. 立即用 0.1mol/L EDTA 标准溶液滴定，溶液由金黄色变深紫色为终点。当将达到终点时 EDTA 标准溶液应缓慢加入，因为溶液颜色变化会轻微延迟。

金属镍含量（克/升）=所用 0.1mol/L EDTA 的毫升数 $\times$ 5.871

氯离子含量之分析

1. 用移液管取试液 5.0 毫升于三角锥瓶中。
2. 加入 100 毫升纯水。
3. 加入数滴饱和铬酸钾指示剂。
4. 用 0.1mol/L 硝酸银标准溶液滴定，由白色沉淀刚转为红色沉淀为终点。

氯离子（克/升）=所用 0.1mol/L 硝酸银的毫数 $\times$ 0.709

硼酸含量之分析

1. 用移液管取试液 2.0 毫升于三角锥瓶中。
2. 加入 10 毫升纯水。
3. 加入 1 毫升溴甲酚紫指示剂。
4. 用 0.1M 氢氧化钠标准溶液滴定至溶液变成紫色。
5. 加入 5 克甘露醇并摇匀，溶液变成金黄色。
6. 用 0.1M 氢氧化钠标准溶液滴定至溶液变成紫色为终点。

硼酸（克/升）=所用 0.1mol/L 氢氧化钠的毫升 $\times$ 3.092

30934 含量之分析

用反相高效液相色谱仪分析。

