

Niccol—001 化学沉镍工艺

一、Niccol-001 化学沉镍工艺的特点如下：

1. 有机稳定剂、光亮剂、络合剂组合，无铅 Pb、镉 Cd、汞 Hg、铬 Cr，镀层满足 RoHS 指令要求。
2. 沉镍镀层含磷量高（8.5%~11.5%）、镀层非晶态合金，孔隙率低，抗腐蚀能力强。
3. 工艺范围宽、操作简单易于掌握，可以使镀液得到长的工作寿命，大于 8MT0。
4. 三种浓缩液配合开缸和补加，控制溶液的方法简单。
5. 溶液工作温度低，工人操作安全简便；热能损失少，节约电力加热费用。
6. 溶液杂质容忍度高，可以在操作的温度下添加补充 A、C 浓缩液。
7. 同时适用于滚镀及挂镀操作，滚镀生产效率更高，更加节省人力。
8. 对深孔、盲孔零件，镀层厚度达到 15 微米，即能抵抗 100 小时以上的中性盐雾试验。

二、镀镍工艺条件：

镍离子含量	5.0—5.5 克/升
操作温度	65℃~72℃
PH 值	4.8~5.5（使用氨水调节）
沉积速率	7~10 微米/小时
镀液负载能力	0.5~2.5 平方分米/升

三、生产使用设备：

镀槽：聚丙烯（PP）材料制作，包覆保温层，保证溶液温度稳定、均匀，降低能耗。

加热器：聚四氟乙烯（PTFE）加热管，加热管在排布上应留有 5mm 以上的间隙，以避免溶液的局部过热。

滚镀机：聚丙烯（PP）制作，滚镀机转速应可调，六角滚筒回转速度要求小于 4 转/分钟。

储存槽：聚丙烯（PP）材料制作，储存槽容积要大于镀槽容积。

四、溶液开缸方法：

1. 在清洗干净的镀槽中加入 1/2 溶液体积的纯水或蒸馏水。
2. 加入 75mL/L 的 **Niccol—001A 镍主盐**（1/13.5 溶液体积的 A）
3. 加入 200mL/L 的 **Niccol—001B 络合剂**（1/5 溶液体积的 B）
4. 加入 45mL/L 的 **Niccol—001C 还原剂**（1/22 溶液体积的 C）
5. 用 1:1 氨水调整 PH 值至 5.2~5.5
6. 加纯水或蒸馏水至规定体积后充分搅拌，加热到 68℃~70℃即可进行生产

五、浓缩液补加方法：

以滴定溶液含镍离子量计算补加量：

Niccol—001 工艺参数镍离子含量是 5.5—6 克/升，每提高 1 克/升的镍离子含量，要添加 14.3 毫升/升的 **A 镍主盐**同时加入同等份量的 **C 还原剂**。

六、浓缩液种类：

Niccol—001A 镍主盐

Niccol—001B 络合剂

Niccol—001C 还原剂

化学镀镍生产操作指导书

一、 配制新的溶液:

要配制化学镀镍生产新的溶液, 首先需要计算镀槽的容积, 设定镀槽容积 V 升, 由此容积来计算镀槽总共需要的化学镀镍原料浓缩液数量如下:

需要 Niccol-001A 镍主盐 $0.075 \times V$ 升

需要 Niccol-001B 络合剂 $0.2 \times V$ 升

需要 Niccol-001C 还原剂 $0.045 \times V$ 升

然后在镀槽中加入 $1/2$ 容积的纯水;

加入 Niccol-001B 镍主盐 $0.2 \times V$ 升 搅拌均匀;

加入 Niccol-001A 络合剂 $0.075 \times V$ 升 搅拌均匀;

加入 Niccol-001C 还原剂 $0.045 \times V$ 升 搅拌均匀;

用 3.8—5.5 的精密试纸测量溶液的 PH 值, 额定 PH 值为 4.8—5.4 之间, 如果 PH 值低于 4.8 的话, 需要使用 1:1 稀释后的氨水向上调整 PH 值, 如果 PH 值高于 5.5 的话, 需要使用 10% 以下的稀硫酸向下调整 PH 值。完成 PH 值验证后, 用纯水补充液面至规定的位置, 即可开始加热并投入生产。

二、 生产过程:

化学镀镍需要工作的镀槽(需要双层保温)和溶液储存的储存槽(常规的加盖子塑料槽), 生产时候溶液转入镀槽进行正常生产, 生产完成后, 及时将溶液转移到储存槽, 使溶液尽快冷却, 降低溶液的活性, 盖上盖子减少溶液的蒸发, 延长溶液的使用寿命。工件入槽后如果可以直接反应生成镀层, 则无需人为协助, 生产正常进行; 如果工件入槽后没有反应(工件表面无气泡生成), 则必须人为干预, 启动化学镀镍的反应; 干预的方法一: 使用活性大的铝丝、铝条接触启动反应; 干预的方法二: 用直流电源施加镀镍电流, 直接电力触发启动反应。一旦反应正常, 启动使用的条件即可尽快撤离, 化学镀镍镀层生成速度 7—10 微米/小时, 镀层厚度控制可以采用时间控制方法, 该方法简便易行, 但是镀层真是厚度与估算厚度偏差大; 镀层厚度还可以采用浓缩液消耗精确计算, 每消耗 Niccol-001A 浓缩液 10 毫升, 在 1 平方分米的工件上均匀产生 10 微米的镀层, 这个方法需要精确计算产品的表面积, 取得的镀层厚度准确。

三、生产中溶液分析:

在生产进行中, 需要每 20 分钟对溶液的 PH 值、浓度、温度进行测量, 溶液浓度测量方法如下:

滴定:

1. 用移液管准确量取镀液 10ml 加入 250ml 锥形瓶中
2. 加入 50ml 纯水
3. 加入 5ml 1:1 氨水, 此时溶液呈蓝色
4. 加入 2g 紫尿酸铵指示剂, 摇匀, 此时溶液呈棕色
5. 用 0.1N (0.1mol/L) DETA 标准溶液滴定, 由棕色至紫色为终点
6. 消耗 EDTA 标准溶液毫数=滴定前-滴定后

试剂及标准溶液的配制方法:

1. 0.1N 的 EDTA 标准溶液: 标准称取 37.2 克 EDTA 二钠盐, 溶解于 600—700 毫升纯水里, 用 1 升的容量瓶稀释至 1 升, 避光、密封存放备用。
2. 1:1 氨水: 用量筒量取 500ml 的浓氨水, 加入同等体积的纯水, 至 1 升, 密封存放, 备用。

补加方法:

以滴定溶液消耗的标准溶液量计算补加量:

根据滴定时候消耗的标准 EDTA 标准溶液的量, 查表 1《溶液浓度、补加对照表》, 得出对应的补加参数。



溶液浓度、补加对照表

镍离子含量 (g/L)	EDTA 消耗量 (ml)	添加 A 与 C 各 ml
5.283	9.0	0
5.244	8.9	0.833* V
5.166	8.8	1.666* V
5.107	8.7	2.500* V
5.048	8.6	3.333* V
4.990	8.5	4.165* V
4.931	8.4	5.000* V

V 为镀槽的生产溶液总体积。

根据如上三的溶液测量结果要对溶液进行调整，保持溶液的参数在合理的控制范围，调整溶液的浓度参照如上的表 1，根据 EDTA 消耗量，查表 1 取得补加数据，根据计算得出 A、C 的补加量，测量、调整数据填写记录表 2（如下）：

溶液调整、补加记录表

溶液调整、补加记录表

日期/时间	滴定值	补加记录		PH 值	补加氨水 毫升/累计	备注
		A 毫升/累计	C 毫升/累计			

注：A、C 各自的补加累计数据要留转到下页，以便随时掌握溶液的工作寿命状况；每当补加了新配时候（开缸）投入的 A 升数量，就是完成了一个工作寿命周期，镍铝化学镀镍建议使用工作寿命 6-8 周期。

完成化学镀镍的生产后，应该尽快将化学镀镍溶液过滤、转移到储存槽，使得溶液尽快冷却下来，降低溶液的活性，避免溶液的无谓消耗，可以适当按照合理的储存蒸发量补加一些纯水，这样温度会下降一个梯度。也可以将储存槽的容积设计的大于生产槽，每次生产的时候，都有一部分冷的溶液不参与生产，当工作溶液回转到储存槽，冷热溶液混合，温度下降迅速，便于储存，这时候需要认真关注蒸发量，及时用纯水补充储存槽的液位，避免浓度失调。