

前 言

本标准是根据 ISO 1458:1988《金属覆盖层——镍电沉积层》对 GB 9798—88 进行修订的,在技术内容上与该 ISO 标准等效,编写规则符合 GB/T 1.1—1993。

原标准 GB 9798—88《金属覆盖层 镍电镀层》是参照采用 ISO 1458:1974《金属覆盖层——镍电镀层》制定的。ISO 1458:1988《金属覆盖层——镍电沉积层》是 ISO 1458:1974 的修订版。

本标准自发布实施日起代替原 GB 9798—88《金属覆盖层 镍电镀层》。

本标准的附录 A、B、C、D、E 是标准的附录。

本标准的附录 F 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国机械工业部提出。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:机械工业部武汉材料保护研究所。

本标准参加起草单位:上海永生助剂厂、电子部工艺研究所、湖北进出口商品检验局。

本标准主要起草人:杨明安、何邵新、沈品华、余东林、李映明、毛祖国。

本标准首次发布 1988 年 9 月。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国家标准团体(ISO 成员团体)的全世界联合。制定国际标准的工作,一般由 ISO 技术委员会进行,各成员团体如对某一技术委员会确定的主题感兴趣,有权向该委员会陈述。与 ISO 有联系的政府、非政府的国际组织也可参加工作。在电子标准化的各方面,ISO 与国际电工委员会(IEC)密切合作。

技术委员会通过的国际标准草案,在 ISO 理事会采纳为国际标准之前,先送各成员团体认可。按照 ISO 程序,参与投票的成员团体至少要有 75% 认可,才算通过。

国际标准 ISO 1458 由 ISO/TC 107 金属和其他无机覆盖层技术委员会制定。

此第二版取代同时注销第一版(ISO 1458:1974),是国际标准 ISO 1458:1974 的修订。

使用者应注意,所有国际标准都会被修订。因此,除非另有说明,本标准参考的其他国际标准均是其最新版本。

中华人民共和国国家标准

金属覆盖层 镍电沉积层

GB/T 9798—1997
eqv ISO 1458:1988

代替 GB 9798—88

Metallic coatings — Electrodeposited coatings of nickel

1 范围

本标准规定了在钢铁、锌合金、铜和铜合金、铝和铝合金上装饰和防护性镍电沉积层的要求。给出了不同厚度的几级镀层和暴露于相应服役条件的镀覆件镀层级别选择指南。

本标准适用于钢铁、锌合金、铜和铜合金、铝和铝合金上装饰和防护性镍电沉积层。

本标准规定的没有铬面层的纯镍镀层适用于在使用中因有摩擦或接触而能防止镀层变色的镀件，也适用于采用非铬面层防变色及变色要求不高的镀件。

注：用于装饰防护，在使用中不变色的类似镀层见 GB/T 9797，工程用镍电沉积层见 GB 12332。

本标准未规定电镀前的基体金属所要求的表面状态。

本标准不适用于未加工成形的板材、带材、线材上的镀层，也不适用于螺纹紧固件或密封圈弹簧上的镀层。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 4955—1997 金属覆盖层 覆盖层厚度测量 阳极溶解库仑法 (eqv ISO 2177:1972)

GB 5270—85 金属基体上的金属覆盖层 (电沉积层和化学沉积层) 附着强度试验方法 (eqv ISO 2819:1980)

GB 6462—86 金属和氧化物覆盖层 横断面厚度显微镜测量方法 (eqv ISO 1463:1982)

GB/T 9797—1997 金属覆盖层 镍+铬和铜+镍+铬电沉积层 (eqv ISO 1456:1988)

GB 12332—90 金属覆盖层 工程用镍电镀层 (eqv ISO 4526:1985)

GB 12334—90 金属和其他无机覆盖层 关于厚度测量的定义和一般规则 (eqv ISO 2064:1980)

GB 12609—90 电沉积金属覆盖层和有关精饰 计数抽样检查程序 (eqv ISO 4519:1980)

GB/T 13744—92 磁性及非磁性基体上镍电镀层厚度的测量 (idt ISO 2361:1982)

GB/T 16921—1997 金属覆盖层 厚度测量 X射线光谱方法 (eqv ISO 3497:1990)

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

3 定义

本标准采用 GB 12334 的定义。

4 需方要提供电镀方的信息

4.1 必要信息

在订购符合本标准的镀件时,需方向电镀方提供以下信息。

- 4.1.1 本标准号。
- 4.1.2 基体金属和表明镀件服役环境严酷程度的服役条件号(见 5.1)。
- 4.1.3 表面精饰要求,例如,光亮的、暗色的或缎面的(见 7.2),也可由需方提供,或经认可的表明表面精饰要求或表面精饰范围的样品。
- 4.1.4 主要表面应标在零件图上或提供适当标记的样品。
- 4.1.5 要采用的腐蚀试验的种类(见 7.4)。
- 4.1.6 要采用的结合强度试验的种类(见 7.3)。
- 4.1.7 非主要表面上允许缺陷的程度(见 7.1)。
- 4.1.8 主要表面上不可避免的挂具痕或接触痕位置(见 7.1)。
- 4.1.9 抽样方法和验收水平(见第 8 章)。
- 4.2 附加信息

需方还可提供下述附加信息。

- 4.2.1 钢件的抗拉强度和电镀前和(或)后的热处理要求(见第 6 章)。
- 4.2.2 不能被直径为 20 mm 的球接触表面的厚度要求(见 7.2.1)。
- 4.2.3 是否需要镀铜底层[见 5.2b)]。

5 分级

5.1 服役条件号

服役条件号用于需方规定镀件服役环境严酷程度的等级,其记数如下:

3—严酷 2—中度 1—轻度 0—极轻度

各种服役条件号相应的典型服役条件见附录 F(提示的附录)。

5.2 镀层分级号

镀层分级号按以下顺序组成:

a) 表示基体金属(或合金基体中的主要金属)的化学符号,后接一斜线,如下:

Fe/——表示基体金属为钢铁;

Zn/——表示基体金属为锌或锌合金;

Cu/——表示基体金属为铜或铜合金;

Al/——表示基体金属为铝或铝合金。

b) 用铜或含铜量超过 50%的铜合金作底镀层时,化学符号 Cu 表示铜或铜合金镀层;

c) Cu 后的数字表示铜镀层的最小局部厚度,单位为 μm ;

d) 镍的化学符号 Ni;

e) Ni 后的数字表示镍镀层的最小局部厚度,单位为 μm ;

f) 表示镍镀层种类(见 7.2.3.2)的字母。

完整的镀层分级号举例:在钢铁基体上镀有最小厚度为 20 μm 的铜层,铜上镀有最小厚度为 30 μm 的光亮镍的完整分级号为:

Fe/Cu20 Ni30b

注:除需方另有规定外,镍镀层的最小厚度要求只适于能被直径为 20 mm 的球接触的主要表面部分(见 7.2.1)。

5.3 对应于每一服役条件号的镀层

各种基体金属的每一服役条件号相应的镀层分级号见表 1~表 4。

表 1 钢(或铁)上的镍电镀层

服役条件号	镀层分级号
3	Fe/Ni30b
2	Fe/Ni20b
1	Fe/Ni10b
0	Fe/Ni5b

注

- 1 在服役条件为 3、2、1 时, s 镍可取代任一分级号中的 b 镍, p 或 d 镍可以取代 b 镍。
- 2 可以采用铜底层, 如果铜底层的最小厚度为 20 μm , 则在服役条件号为 3 时, 镍的最小厚度可减少 5 μm , 低于表列的值。服役条件号为 0、1 和 2 并采用铜底层时镍层的最小厚度不能减少。

表 2 锌合金上的镍电镀层

服役条件号	镀层分级号
3	Zn/Cu Ni25b
2	Zn/Cu Ni15b
1	Zn/Cu Ni10b
0	Zn/Cu Ni5b

注

- 1 在服役条件为 3、2、1 时, s 镍可取代任一分级号中的 b 镍, p 或 d 镍可以取代 b 镍。
- 2 如果铜的最小厚度增加至 15 μm , 则在服役条件号为 3 时, 镍的最小厚度可以减少 5 μm , 比表列的值低。对于其他的服役条件, 在增加铜层厚度时, 镍的最小厚度不得减少。

表 3 铜和铜合金上的镍电镀层

服役条件号	镀层分级号
3	Cu/Ni20b
2	Cu/Ni10b
1	Cu/Ni5b
0	Cu/Ni3b

注: 服役条件为 3、2 时, s 镍可取代任一服役条件中的 b 镍, p 或 d 镍可以取代 b 镍。

表 4 铝和铝合金上的镍电镀层

服役条件号	镀层分级号
3	Al/Ni30b
2	Al/Ni20b
1	Fe/Ni10b

注: s、p 或 d 镍可取代任一服役条件下的 b 镍。

6 钢件的热处理

如果需方规定镀前和(或)镀后需进行热处理(见 4.2.1), 则热处理应按附录 A(标准的附录)推荐的相应规范进行。

7 对镀层的要求

7.1 外观

在镀件主要表面上不应有明显的镀层缺陷,例如,鼓泡、孔隙、粗糙、裂纹、局部漏镀区、花斑或变色。在非主要表面上可允许的镀层缺陷程度和主要表面上不可避免的挂具痕迹的位置应由需方规定。

7.2 镀层的厚度和种类

7.2.1 一般规定

规定的服役条件号相应的镀层的厚度和种类应与表 1~表 4 中的分级号一致。应对主要表面上能被直径为 20 mm 的球接触的表面金属镀层提出最小厚度要求。需方亦可规定其他表面应符合的厚度要求。镀层厚度测量方法见 9.1。

7.2.2 铜镀层的厚度

铜+镍镀层中铜镀层的最小厚度见表 1~表 4 的注。

注:表 2 规定的所有镍镀层均镀于厚度至少为 8 μm 的铜底层上[5.2b)。为使形状复杂件的非主要表面的低电流区能获得足够厚的镀层,主要表面上的最小镀层厚度可增加至 10~12 μm 。

7.2.3 镍镀层的厚度和种类

7.2.3.1 镍镀层的厚度

镍镀层总的最小厚度应符合镀层分级号的规定(见 5.2)。

7.2.3.2 镍镀层的种类

镍镀层的种类由下列符号表示。

- b——全光亮镍沉积;
- p——机械抛光的暗镍或半光亮镍;
- s——不进行机械抛光的暗镍,缎面镍或半光亮镍;
- d——双层或三层镍,有关要求见表 5。

表 5 对双层或三层镍层的要求

层次(镍层类型)	伸长率 ¹⁾ %	含硫量 ²⁾ %(m/m)	厚度占总镍层厚度的百分比 ³⁾	
			双层	三层
底层(s)	>8	<0.005	≥60	≥50
中间层(高硫)(b)	—	>0.15	—	10
面层(b)	—	>0.04 和 <0.15	≤40	≤40

1) 伸长率的试验方法见附录 B(标准的附录)。

2) 规定镍层的含硫量是为了说明所用镀镍溶液的种类。镀件镍层含硫量的测量尚没有简单的方法,但按附录 D(标准的附录)规定的任何一种方法,采用专门制备的试样,可予精确测量。

3) 按 GB 6462 的规定,制备镀层的横断面、抛光和浸蚀后,用显微镜测量和鉴别多层镍之间的厚度比和种类。

7.3 结合强度

镀层与基体以及各组合镀层之间应结合良好,能通过 9.2 规定的相应试验。

7.4 耐腐蚀性

镀层应无孔隙,一定服役条件号的镀层的耐腐蚀性应能通过 9.3 的相应试验,并按附录 C(标准的附录)评级,其最低合格评级为 9 级。

8 抽样

选用 GB 12609 的程序抽样,验收水平应由需方规定。

9 试验方法

9.1 厚度

镀层厚度和各组合层的厚度应在能被直径为 20 mm 的球接触的主要表面上的任何部位测量。GB/T 4955 规定的库仑法可测量镍层的总厚度、铜层的厚度以及已知成分的铜合金底层的厚度。GB 6462 规定的显微镜法可用于测量最小厚度为 10 μm 的每一镍层的厚度。也可测量铜或铜合金底层的厚度(见 7.2)。

注: 也可用 STEP 试验法测定双层和三层镍镀层的各层厚度及各层间的电化学关系。由于 STEP 法试验能用于生产件, 所以得到广泛评价, 并已成为一些公司和国家标准的组成部分。对保证光亮镍和半光亮镍良好防护性能的各镍层间电位差的最佳值尚有争议, 但有的公司已将此电位差定为不低于 125 mV。本标准等效采用的 ISO 1458 已决定将此试验正式规定于其未来的修订版本, 只是至今尚未提出能被该国际标准接受的 STEP 法的文稿。建议本标准的用户熟悉此试验, 并开始采用之, 这会明显提高电镀产品的质量。

若进行适当校正, GB/T 13744 规定的磁性法可测量锌合金、铜合金和已知成分钢铁上的 b、d、s 或 p 镍电镀层的总厚度。也可采用经证明测量误差在 10% 以内的其他厚度测量方法。

有争议时, 用库仑法测量厚度小于 10 μm 的镍层厚度; 用显微镜法测量厚度大于 10 μm 的镍层厚度。

9.2 结合强度

按 GB 5270 规定的热震试验或锉刀试验方法进行。试验后镀层不应与基体分离, 镀层之间也不应有分离。

9.3 耐蚀性

没有铬表层的纯镍层未得到广泛应用, 以致其加速腐蚀试验和实际使用的信息有限。

镀件应按一定的服役条件号进行附录 E(标准的附录)规定的一种腐蚀试验。要采用的任何特殊腐蚀试验应由需方规定。尚无确定每一腐蚀试验持续时间的实验, 附录 E 中提出了试验持续时间选择指南。为了保证镀层的有效应用, 需方应按镀层使用情况确定腐蚀试验持续时间。

GB/T 10125 规定的几种腐蚀试验提供了一套控制镀层连续性和质量的手段。但是, 试验持续时间与镀件使用寿命之间的相关性很小。

进行了某一腐蚀试验后的试件应按附录 C 的规定进行检查和评定(见 7.4)。

9.4 延展性

按附录 B 规定的方法试验时, 镍层的伸长率不能低于 7.2.3.2 中的规定。

附录 A
(标准的附录)
推荐采用的钢件热处理规范

为了减少氢脆导致的破坏危险,对某些钢件应进行热处理。热处理包括以下两类:

- a) 电镀前消除应力;
- b) 电镀后的热处理。

推荐采用的热处理规范参见表 A1。

表 A1 推荐采用的钢件热处理规范

类别		电镀前	电镀后		
一般要求热处理的钢件		经冷作硬化的钢件;抗拉强度大于或等于 1 000 MPa(或具有相当硬度 ¹⁾)的钢件;回火后又经机加工或磨削加工的钢件。	经冷作硬化的钢件;抗拉强度大于或等于 1 000 MPa(或具有相应的硬度 ¹⁾)的钢件;在疲劳应力或持续载荷条件下服役的钢件		
热处理规范	一般情况	在低于回火温度 50℃ 以下的温度范围内,采用尽可能高的温度热处理 30 min,或在 190~210℃ 温度范围内热处理 1 h	抗拉强度 MPa	工作的最大厚度 mm	190℃~210℃ 温度下热处理的最短时间 h
	特殊限制		若工件已经表面硬化处理,热处理应在较低温度下进行较长时间。但应证明这些工艺条件对该工件有效,并为需方所接受		
			>1 000 和 ≤1 150	<12 12~25 >25	2 4 8
			>1 150 和 ≤1 480	<12 12~25 >25	4 12 24
			注:热处理应在镀后 16 h 内进行		
1) 1 000 MPa 对应的硬度值约为:30HRC,295HV,280HB。					

附录 B
(标准的附录)
延展性试验

B1 范围

本附录规定了测量电镀试片上镀层伸长率的方法,提供了评价镀层延展性的一种手段。

注:利用此方法检查镍镀层的种类是否符合 7.2.3.2 的规定,可用于评价其他镀层的延展性要求(见 9.4)。

B2 原理

在规定的条件下,将电镀试片绕一圆轴弯曲,目察试片表面并计算其延伸率。

B3 装置

圆轴,直径为 $11.5 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$ 。

B4 程序**B4.1 试片准备**

按下述方法准备一长 150 mm ,宽 10 mm ,厚 $1.0 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$ 的电镀试片。

抛光一块与电镀工件的基体相类似的板材。如果基体是锌合金,则可用软黄铜代替。所用的板材要足够大,以便试片从板材上切割下来时,余下的周边宽度不得小于 25 mm 。

在板材的抛光面上电镀镍,镀层厚度为 $25 \mu\text{m}$,所用的镀液和电镀规范应与镀件相同。

用剪床或剪刀从电镀薄板上切割下试片,仔细将其边缘锉圆或磨圆。至少应将镀层的一面上的切口倒圆。

B4.2 试验

将试片(见 B4.1)沿圆轴(见 B3)表面弯曲 180° ,至试片的两端互相平行。在弯曲过程中,使电镀面承受张力,所施压力应稳定,应保证试片和圆轴相接触,弯曲后目察弯曲试片凸面的裂纹。

B5 结果表示

试验后,试样上没有穿透凸面(见注)的裂纹时,则可认为所试镀层符合伸长率为 8% 的最低要求。

注:试样边缘镍镀层中的小裂纹不说明该镀层的伸长率不合格。

附 录 C

(标准的附录)

**金属覆盖层——对基体金属呈非阳极性的覆盖层
——加速腐蚀试验——结果的评价方法**

注:本附录等效采用 ISO 1462:1973《金属覆盖层——对基体金属呈非阳极性的覆盖层——加速腐蚀试验——结果的评价方法》。

C1 范围

本附录给出了确定经受加速腐蚀试验的、对基体金属呈非阳极性的覆盖层性能水平等级的方法评价系统。本方法只考虑基体金属的腐蚀。

本方法只适用于按特定覆盖层国家标准所要求的各腐蚀缺陷的大小或分类进行简单检查而未报废的试件。

本方法不适用于评价主要表面小于 25 mm^2 的单件。

C2 定义

本附录采用以下定义。

C2.1 主要表面 工件已镀覆或待镀覆的对外观和(或)服役性能起主要作用的表面。

主要表面可按需要商定,并标于设计图上,或者提供适当标记的试样。

C2.2 腐蚀点 一种表面腐蚀缺陷,缺陷处覆盖层已穿透,明显可见基体金属的腐蚀产物或覆盖层起皮。

不穿透覆盖层的变色或其他表面缺陷不按腐蚀点计。

腐蚀点的大小指穿透覆盖层的面积,不计其相关的锈蚀部分。

C3 抽样

批件应按规定方法抽样,试样的总的主要表面积应超过 5 000 mm²。

若构成试样单件的主要表面积小于 5 000 mm²,则评价试样应由足够数量的单件所组成,以使其总的主要表面积等于或大于 5 000 mm²。

若所选定的评定级数等于或大于 8,则试样总的主要表面积应超过 10 000 mm²。

C4 试验后试样的检查

试样应在腐蚀试验完毕后立即进行检查。如果需要除去残留的腐蚀介质,则应在流动水中漂洗后再进行检查。

随后可除去腐蚀产物,以便评定腐蚀点的大小。

为便于评价并获取最准确的评级结果,将一透明柔软的划有 5 mm×5 mm 方格的塑料薄膜量板,覆盖在待测镀层的主要表面上,镀层的主要表面被划分成若干边长为 5 mm 的方格。

计数试样主要表面边长为 5 mm 的方格总数 N ,计数其中有一个或多个腐蚀点的这样的方格数 n 。

在评价试样的总面积时,被试样占据一半以上的方格应以一个方格计,不足一半的不予计数。

如果出现的腐蚀点占据的位置多于一个方格,则在评价时只应计数一次,但是横过一个以上方格的裂纹,则裂纹进入的每一方格都应予计数。

C5 评定级数

由下式按百分率确定腐蚀点的频率:

$$\text{腐蚀点频率} = n/N \times 100\%$$

按下表 C1 评定试样的级数

表 C1

频 率(%)	评定级数
0(无腐蚀点)	10 [*])
>0~0.25	9 [*])
>0.25~0.5	8 [*])
>0.5~1	7
>1~2	6
>2~4	5
>4~8	4
>8~16	3
>16~32	2
>32~64	1
>64	0

*) 见 C3。

附 录 D

(标准的附录)

镍电沉积层中含硫量的测定

注:已有采用红外检测方法测量燃烧产生的二氧化硫的仪器,该仪器附计算机装置,能直接读出含硫量。

D0 概要

本附录规定了测量含硫量的两种方法,用以检测各种镍电沉积层是否符合 7.2.3.2 的要求。

注:经供需双方商定一般可采用代用方法或改进方法。

D1 燃烧—碘酸盐滴定方法

D1.1 范围

本附录的这部分规定了测量镍电沉积层中含硫量的燃烧—滴定法,适用于以硫表示的镍电沉积层中的含硫量在 0.005% (m/m)~0.5% (m/m) 范围内的产品。

D1.2 原理

在感应炉的氧气流中燃烧试样,用酸化的碘酸钾淀粉溶液吸收燃烧时释出的二氧化硫气体,然后用碘酸钾溶液滴定,此碘酸钾溶液应是用已知含硫量的钢标样新标定的,这样可以校正仪器产生的误差和二氧化硫回收中随时间的变化所引起的误差。应进行消除坩埚和助熔剂等因素影响的空白试验。

D1.3 干扰

一般镍电沉积中的其他元素对试验无干扰。

D1.4 试剂

在分析过程中,只采用分析纯级试剂和蒸馏水或与蒸馏水纯度相当的水。

D1.4.1 盐酸溶液(3+97)

由 3 份体积的盐酸(密度 ρ 为 1.19 g/mL)与 97 份体积的水混合配成。

D1.4.2 屑状铁(低硫)助熔剂。

D1.4.3 粉状铁(低硫)助熔剂。

D1.4.4 碘酸钾标准溶液 A(相当于 0.10 mg/mL 硫)。

在 1 000 mL 的容量瓶中溶解 0.222 5 g 碘酸钾(KIO_3)于 900 mL 水中,然后稀释至刻度并混合均匀。

D1.4.5 碘酸钾标准溶液 B(相当于 0.02 mg/mL 硫)

移 200 mL 碘酸钾标准溶液 A(见 D1.4.4)于 1 000 mL 单刻度容量瓶中,稀释至刻度并混合均匀。

注:硫当量是假定硫完全转化为二氧化硫。然而,以二氧化硫回收的硫可能低于 100%。如果感应炉中的温度和氧气流速保持一定,则回收率恒定。因此,必须分析标准试样,以确定一分析系数。

D1.4.6 淀粉-碘化物溶液

放 1 g 可溶性淀粉于一小烧杯中,加入 2 mL 水,搅拌成均匀糊状,倒入 50 mL 沸水中,冷却,加入 1.5 g 碘化钾(KI),搅拌至溶解,稀释至 100 mL,并摇匀。

D1.4.7 粒状锡(低硫)助熔剂

D1.4.8 纯氧。

D1.5 标样

应采用相应含硫量并经验证的标钢。

D1.6 仪器装置

一般实验室装置。

D1.6.1 感应加热装置,由下述主要部分组成:

- 氧气净化管 用以除去残留于氧气(见 D1.4.8)中的任何杂质,并与阀门连接;
- 阀门 用于控制流经加热管的氧气流速,与加热管连接;
- 加热管 固定于感应炉内,并与二氧化硫接收器相通;
- 二氧化硫接收器 其吸收液用滴定管充装;
- 感应炉。

注意:操作感应炉时,应采取适当的安全措施。

D1.6.2 坩埚,加盖,用于盛试样。

D1.7 程序

D1.7.1 试验用镍箔的制备

D1.7.1.1 准备一尺寸适当的冷轧钢板,例如,长 150 mm,宽 100 mm,厚 1 mm。将试片除油,浸酸后,电镀一层厚约 7.5 μm 、结合良好的镍层。可以用抛光镍板或抛光不锈钢板代替电镀镍钢板。

D1.7.1.2 在碱性清洗剂溶液中将试片阳极钝化,电压为 3V,时间 5~10 s,溶液温度为 70~80 $^{\circ}\text{C}$,溶液中含 NaOH 30 g/L, Na_3PO_4 30 g/L 或含有 60 g/L 的任何其他适当的阳极碱性清洗剂。

D1.7.1.3 采用与电镀工件相同的溶液和电镀规范,在经钝化的试片上电镀 25~37 μm 的镍镀层,以保证试片对镀件具有代表性。

D1.7.1.4 采用手剪或机械剪或任何其他方法除去试片边缘,使其容易剥离试验用的镍箔。

D1.7.1.5 从试片上剥下试验用镍箔,用水洗去电解液,然后擦干,例如,用滤纸擦干。用剪刀将试验用镍箔剪成 2~3 mm 边长的正方形,放入 100 mL 烧杯中,加水淹没,并加热沸腾。倒出水,用甲醇清洗试验用镍箔。然后倒于滤纸上,在大气中自然干燥。

D1.7.2 试样量和标样量

根据对镀件上镀层含硫量的估计,分别称取一定量的试样和标样,精确到 0.000 1 g。试验用镍箔(见 D1.7.1)和标样(见 D1.7.3)的称取量见表 D1 的规定。

表 D1 试样和标样的质量

镀件估计的含硫量 %(m/m)	要称取的相应试样或标样的质量 g
0.005~0.10	1.00 \pm 0.02
0.10~0.50	0.20 \pm 0.02

D1.7.3 标定

至少选择两种标样,其含硫量分别接近试样含硫量估计值的上限和下限,另外还选择一种含硫量与上、下限的平均值接近的标样,平均值标样也可以从其他两个标样中取等量混合制备。然后对每一标样按 D1.7.4 的要求准确称量,并测定其含硫量。

D1.7.4 测量

D1.7.4.1 加 1 g 铁屑助熔剂(见 D1.4.2),0.8 g 铁粉助熔剂(见 D1.4.3),0.9 g 锡助熔剂(见 D1.4.7)于坩埚(见 D1.6.2)中,加入试样(见 D1.7.2),盖上坩埚。

D1.7.4.2 安装好加热装置(见 D1.6.1),合上感应炉开关,使之加热到工作温度。以 1 000~1 500 mL/min 的流速将氧气流(见 D1.4.8)通过加热装置(见注 1),将盐酸溶液(见 D1.4.1)注入二氧化硫接收器至预定刻度(见注 2)。加入 2 mL 淀粉-碘化物溶液(见 D1.4.6),继续通入氧气流。从滴定管中加入相应的碘酸钾溶液(见 D1.4.4 或 D1.4.5),直到出现淡蓝色即为终点,然后再注满滴定管。

注

1 可按操作者和仪器需要调节氧气流速,但试样和标样测量用的氧气流速应相同。

2 滴定管中的溶液要装到同一刻度。

D1.7.4.3 当感应炉操作温度至少保持 45 s 后,将加盖的盛有试样和助熔剂的坩埚放于感应炉的托架上。将氧气流速调为 1 000~1 500 mL/min 时,升起坩埚,关闭炉门,并接通电源。加热试样 8~10 min。用适当的碘酸钾标准溶液连续滴定,控制滴定溶液的流速,使溶液显现的蓝色尽可能始终保持在最初的蓝色状态。此蓝色能保持 1 min 以上,即达到终点。记下滴定管最后的读数,并打开管塞排尽二氧化硫接收器中的溶液。

D1.8 空白试验

测定之后,立即进行空白试验。空白试验采取与上述试样相同的操作程序和试剂,只是没有试样。采用预灼烧坩埚进行。

D1.9 试验结果

D1.9.1 碘酸钾溶液对硫的换算系数

硫的换算系数 F ,表示每毫升碘酸钾溶液能滴定的硫(S)的克数,由式(D1)计算:

$$F = \frac{m_1 \cdot a}{(V_1 - V_2)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (D1)$$

式中: F ——硫的换算系数, g/mL;

m_1 ——标定测量中称取的标样的质量, g;

a ——标样中的含硫量,以质量百分比% (m/m) 表示;

V_1 ——标定测量中所用标准碘酸钾溶液的体积, mL¹⁾;

V_2 ——在相应的空白试验中所用标准碘酸钾溶液的体积, mL¹⁾。

D1.9.2 含硫量

以质量百分比% (m/m) 表示的含硫量由式(D2)计算:

$$S\%(m/m) = \frac{(V_3 - V_4) \cdot \bar{F}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (D2)$$

式中: V_3 ——测量所用标准碘酸钾溶液的体积, mL¹⁾;

V_4 ——空白试验所用标准碘酸钾溶液的体积, mL¹⁾;

\bar{F} ——由标样求出的硫的平均换算系数(见 D1.9.1);

m ——试样的质量, g。

D2 形成硫化物和碘酸盐滴定法

D2.1 范围

本附录这部分规定了镍电沉积层中含硫量的滴定方法,适用于以硫表示的含硫量在 0.005% (m/m) ~ 0.2% (m/m) 范围的产品。

D2.2 原理

用盐酸处理使硫化物中的硫变成硫化氢,盐酸中加有六氯铂酸作溶解催化剂,硫化氢与硫酸锌铵反应生成硫化锌,用标准碘酸钾溶液滴定硫化锌,由碘酸钾的滴定消耗量确定硫的含量。

D2.3 试剂

在分析过程中,只采用分析纯级的试剂和蒸馏水或与蒸馏水纯度相当的水。

D2.3.1 硫酸锌铵溶液

溶解 50 g 硫酸锌 ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) 于 250 mL 水中,加入 250 mL 氨水,氨水密度 ρ 约为 0.90 g/mL,然后混匀。将溶液转入瓶中,并存放 24 h,再将溶液过滤于聚乙烯瓶中。

D2.3.2 六氯铂酸溶液(10 g/L)

溶解 0.5 g 六氯铂酸 ($H_3PtCl_6 \cdot 6H_2O$) 于约 40 mL 水中,加入 5 mL 密度 ρ 为 1.19 g/mL 的盐酸溶液,稀释至 50 mL,然后混匀。

D2.3.3 盐酸-六氯铂酸溶液

制备 500 mL 溶液,其中含 1 体积 (ρ 大约为 1.19 g/mL) 的盐酸和 1 体积的水,加入 2.5 mL 六氯铂酸溶液(见 D2.3.2),然后混匀。

D2.3.4 滴定用标准碘酸钾溶液浓度(1/6 KIO_3) 为 0.1 mol/L

在 180°C 温度下烘结晶碘酸钾 1 h,溶解 3.570 g 经烘干的碘酸钾于约 200 mL 水中,转入 1 000 mL

1) 或由滴定管的直接读数得到的硫的近似百分率。

单刻度容量瓶中,稀释至刻度,并混匀。

D2.3.5 滴定用标准碘酸钾溶液浓度(1/6KIO₃)为 0.005 mol/L

用移液管移 25 mL 标准碘酸钾溶液(D2.3.4)于 500 mL 单刻度容量瓶中,稀释至刻度,并混匀。

D2.3.6 淀粉-碘化钾溶液

加约 5 mL 水于 1 g 可溶性淀粉中,搅拌至糊状,然后倒入 100 mL 沸水中,充分混合,冷却,加入 5 g 碘化钾(KI),并搅拌至碘化钾完全溶解。

D2.3.7 盐酸溶液

用水稀释密度 ρ 为 1.19 g/mL 的盐酸而制成。盐酸与水的体积比为 1:1。

D2.3.8 氮气

由氮气瓶供给,氮气瓶应配有压力表和阀门。

D2.4 装置

D2.4.1 硫化氢析出装置(见图 D1)由以下部分组成:

- 锥形瓶,容积 50 mL,安装 19/38 外接头;
 - 洗涤瓶,安装一与接收瓶相联的排出管;
 - 接收瓶;
- 可在电热盘上加热的锥形瓶。

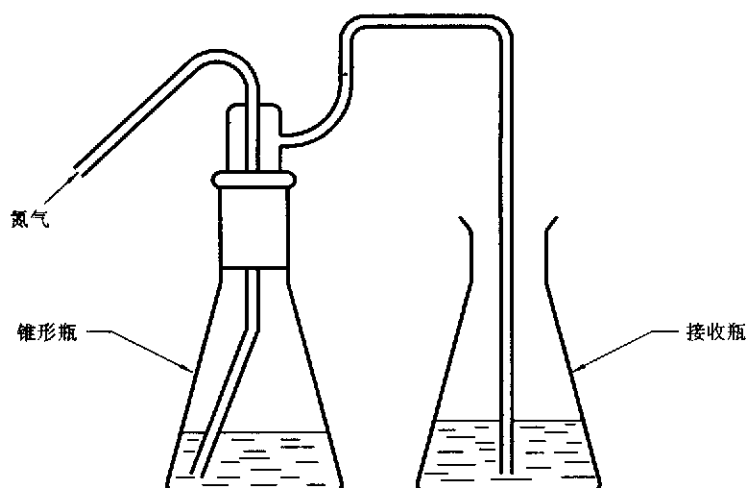


图 D1 用形成硫化物的方式测定电镀镍箱中含硫量的装置(方法 D2)

D2.4.2 滴定管、容量 10 mL。

D2.5 程序

D2.5.1 试验用镍箔

按 D1.7.1 的规定制备试样。

D2.5.2 试样

根据对镀件含硫量的估计,称取一定量的试验用镍箔(见 D2.5.1),精确到 0.000 1 g,称取量见表 D2。

表 D2 试样的质量

估计镀件的含硫量 %(m/m)	要称取的相应试样的质量 g
0.005~0.07	1.00±0.02
0.05~0.2	0.40±0.02

D2.5.3 测定

D2.5.3.1 将试样(见 D2.5.2)放入 50 mL 瓶[见 D2.4.1a)]中,加水 25 mL。

D2.5.3.2 加 20 mL 水和 3 mL 硫酸锌铵溶液(见 D2.3.1)于接收瓶[见 D2.4.1c)]中。

D2.5.3.3 调节电热盘,以使析出瓶中水的温度保持在 80℃。

D2.5.3.4 加入 15 mL 盐酸-六氯铂酸溶液(见 D2.3.3)于析出瓶中,迅速按图示安装好试验装置,并非常缓慢地通入氮气流(见 D2.3.8)。

注:氮气流速一般以 30 mL/min 为宜,如果试样迅速溶解,氢气析出激烈时,应降低流速。

D2.5.3.5 继续加热和通入氮气,直到试样完全溶解后,再延续 5 min。拆除气体析出瓶口上的送气管,与接收瓶一起取下。

注:在整个溶解期间,如果电热盘的温度和氮气的流量调整适当,则接收瓶中的溶液保持碱性。必要时可补充硫酸锌铵溶液(见 D2.3.1),但是,若收集液呈酸性(pH<7),则试验报废。

D2.5.3.6 加入 1 mL 淀粉-碘化钾溶液(见 D2.3.6)和 5 mL 盐酸溶液(见 D2.3.7)于接收瓶中,混合。立即用 10 mL 滴定管中的标准碘酸钾溶液(见 D2.3.5)滴定至出现蓝色。用橡皮球吸一些溶液于送气管沿瓶颈释放,以冲洗掉附着的硫化锌,回荡溶液以洗涤管内壁,继续滴定至溶液生成稳定的蓝色。

D2.6 空白试验

在 50 mL 锥形瓶中,加 20 mL 水,3 mL 硫酸锌铵(见 D2.3.1),1 mL 淀粉-碘化钾溶液(见 D2.3.6)和 5 mL 盐酸溶液(见 D2.3.7),进行空白试验。以使此混合物显示同样的淀粉-碘颜色。

D2.7 结果表示

以质量百分比%(m/m)表示的含硫量(S)用式(D3)计算:

$$S\%(m/m) = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.005 \times 0.016}{m} \times 100 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.008}{m} \dots\dots(D3)$$

式中: V₁——测量所用标准碘酸钾溶液(见 D2.3.5)的体积,mL;

V₂——空白试验时所用标准碘酸钾溶液(见 D2.3.5)的体积,mL;

m——试样的质量,g。

附录 E
(标准的附录)
镍镀层的腐蚀试验

一定服役条件号相应的镀件腐蚀试验连续时间见下表 E1。

表 E1

服役条件号 ²⁾	腐蚀试验持续时间 ¹⁾	
	h	
	CASS 试验(GB/T 10125)	ASS 试验(GB/T 10125)
3	16	96
2	8	24
1	4	8

1) 表中列出的每一腐蚀试验持续时间并非实验确定的,仅作参考,(见 9.3)。
2) 服役条件为 0 时无腐蚀试验要求。

附录 F

(提示的附录)

各种服役条件号相应的服役条件举例

各种服役条件号相应的服役条件举例如下：

服役条件号 3——室外典型的温度条件；

服役条件号 2——室内可能产生凝露的区域；

服役条件号 1——气氛温和干燥的室内；

服役条件号 0——纯粹的装饰环境。
