

电镀液故障处理

DIANDUYE GUZHANG CHULI

张炳乾 编著

国防工业出版社

81.351

548

电镀液故障处理

张炳乾 编著

1900.12

国防工业出版社

内 容 简 介

本书主要叙述防护-装饰性电镀中常用镀液的故障处理,以及防止和减少电镀故障的措施等。包括:净化处理镀液的方法,镀铜、镀镍、镀铬、镀锌、镀铜锡合金、镀镍铁合金及塑料电镀等电镀液的故障分析和处理方法等。

本书可供电镀工人及技术人员参考;也可作为电镀专业班学员的课外读物。

电 镀 液 故 障 处 理

张炳乾 编著

责任编辑 曾铎

*

国防工业出版社出版

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

国防工业出版社印刷厂印装

*

787×1092 1/32 印张5³/₈ 116千字

1987年6月第一版 1987年6月第一次印刷 印数:0,001—5,700册

统一书号:15034·3126 定价:1.15元

前 言

近年来,我国的电镀工业有了较大的发展,技术水平也有了一定的提高。但是,由于我国过去的电镀技术水平较低,加上近年来新、老工人交替,新工人不断增多,所以,在电镀液发生故障时,有时由于分析和排除故障的方法不对,使故障迟迟不能修复,给工业生产带来一定困难。为此,本书向初学电镀的同志和广大电镀工人介绍有关分析和排除电镀故障的一般方法,以及防止和减少电镀故障的措施等。目的是为了减少电镀故障或在产生故障时能较快地排除故障,从而减少损失,为祖国的建设事业服务。

本书主要叙述防护-装饰性电镀中常用镀液的故障处理。因作者水平及篇幅有限,书中内容并不详尽和完整,有待今后逐渐修改和补充。书中用代号表示的化学品,系市场上已有供应的商品,上海市电镀化工原料门市部都有供应。

本书可供广大电镀工人和技术人员参考,也可作为电镀专业班学员的课外读物。

书中错误和缺点在所难免,恳请广大读者指正。

目 录

第一章 分析电镀液故障的一般方法	1
一、确定故障的起源	2
二、确定故障的原因	4
第二章 净化处理镀液的方法	18
一、选择处理方法的基本原则	18
二、常用的处理方法	18
第三章 镀铜液故障的处理	32
一、氰化物镀铜液故障的处理	32
二、硫酸盐镀铜液故障的处理	45
三、焦磷酸盐镀铜液故障的处理	61
第四章 镀镍液故障的处理	68
一、镀液成分失调的影响和纠正	68
二、常见故障的分析和纠正	72
三、杂质的影响和去除	78
第五章 镀铬液故障的处理	85
一、镀液成分失调的影响和纠正	86
二、常见故障的分析和纠正	92
三、杂质的影响和去除	99
第六章 镀锌液故障的处理	102
一、氰化物镀锌液故障的处理	102
二、氨基乙酸-氯化铵镀锌液故障的处理	107
三、碱性锌酸盐镀锌液故障的处理	116
四、无铵弱酸性氯化物镀锌液故障的处理	123

第七章 电镀铜锡合金液故障的处理	130
一、镀液成分失调的影响和纠正	131
二、常见故障的分析和纠正	132
三、杂质的影响和去除	135
第八章 电镀镍铁合金液故障的处理	137
一、镀液成分失调的影响和纠正	137
二、常见故障的分析和纠正	138
三、杂质的影响和去除	143
第九章 塑料电镀故障的处理	146
一、塑料电镀前处理流程及溶液配方	146
二、溶液成分失调的影响和纠正	150
三、常见故障的分析和纠正	153
第十章 防止和减少电镀故障的措施	159
一、加强镀前处理	159
二、加强镀液维护和净化	162
三、加强镀后清洗	164
四、设计合理的工艺流程	164

第一章 分析电镀液故障的一般方法

电镀液故障就是电镀液出毛病。在处理电镀液故障时，有的电镀工作者，懂得分析故障和排除故障的方法，能找出故障的原因，然后“对症下药”，及时排除故障。但也有一些人，不懂分析故障的方法，没有找出故障的真正原因，盲目地处理故障。例如有一个电镀厂在铁零件镀锌时出现如下故障：铁零件滚镀锌，有时镀不上，有时镀上的锌层，经3%硝酸浸亮时镀层发黑。该厂的技术人员不问青红皂白，没有找出故障的原因，随便采用电解处理，一直电解了三天三夜，结果电解的时间越长故障越严重，致使滚镀锌槽停产一个多月。后来该厂聘请外单位的技术人员协助分析故障，确定故障是铅杂质的影响。那末铅杂质是那里来的呢？经检验，该厂的阳极中含有铅，这种含铅的阳极，在电镀或电解过程中，铅和锌一起溶解进入镀液，就造成了上述故障。采用电解处理，使镀液中的铅杂质越来越多，所以越电解故障越严重。假使当时能找出故障原因，采用锌粉处理，那末，故障很快就能排除。在电镀行业中，这样的例子还不少，有的甚至将镀液报废，造成不必要的损失。

在电镀生产中，虽然有些故障在后面的电镀时反映出来，但故障的起源不一定在该镀液中，有时是在前面。例如上海郊区有一个电镀厂，镀镍时出现不规则的条纹，开始他们认

为是镀镍液有问题，接连几次处理镀镍溶液，一直不能排除故障，在实在无法解决问题的情况下，他们只得弃去老的镀镍液，重新配制了一槽新的镀镍液，可是新配的镀液使用了几次故障又重新出现，这个故障延续了几个月，该厂新配了几次镀液，都没有解决问题。那末究竟是什么原因呢？经过仔细检查，发现故障起源于镀镍以前。根源是该厂清洗水中有纤维状的“细菌”，因此单独处理镀镍液始终不能排除故障。所以在分析镀液故障时，先要弄清楚故障的起源。

一、确定故障的起源

电镀过程通常由镀前处理、电镀和镀后处理所组成。其中的电镀，有时包括镀铜→镀镍→镀铬或预镀铜(或镍)→镀铜→镀镍→镀铬等。在多工序的工艺流程中，电镀出了故障，首先要确定故障起源于那一工序？确定故障的起源，通常可进行下述试验：

1. 跳越试验

所谓跳越试验，就是跳越电镀过程中某一可能产生故障的工序后进行电镀试验的方法。例如在下列电镀流程中，镀镍出现发花现象。

前处理→预镀镍→光亮硫酸盐镀铜→光亮镀镍……。

镀镍发花的起源，可能在光亮镀镍液中，也可能在光亮硫酸盐镀铜液中，还可能在预镀镍或前处理过程中。为了弄清故障的起源，先跳越掉光亮硫酸盐镀铜，把电镀流程改为：前处理→预镀镍→光亮镀镍……。假使跳越掉光亮硫酸盐镀铜后，镀镍发花现象消失，表明故障起源于光亮硫酸盐镀铜工序（即起源于跳越掉的工序）。同理，可以在前处理以后，直接镀光亮镍，同时跳越掉预镀镍和光亮硫酸盐镀铜，观察

故障是否与预镀镍有关。用这种跳越试验，可以确定部分故障的起源。

2. 对比试验

所谓对比试验，就是用良好（没有故障）的溶液代替可能有故障的溶液进行对比试验的方法。例如上述镀镍发花之故障，可以在前处理→预镀镍→光亮硫酸盐镀铜后，改用良好的光亮镀镍液与原来的光亮镀镍液进行对比。若改为良好的光亮镀镍液后，镀镍发花现象不再出现，则故障起源于原来的光亮镀镍液，应该从该溶液中寻找故障的原因，从而排除故障。反之，若改为良好的光亮镀镍液后，故障依然存在，那末故障与光亮镀镍以前的工序有关。然后可以再用其他良好的溶液进行对比试验。例如用良好的光亮硫酸盐镀铜与原流程中的光亮硫酸盐镀铜进行对比；用良好的预镀镍与原流程中的预镀镍进行对比；用良好的前处理（即用瓦灰或去污粉手工擦刷彻底除油，经纯净水清洗后，再用 1:1 化学纯的盐酸除锈，再经纯净水清洗）与原前处理操作进行对比。逐一对比，反复试验，可以找出故障的起源。同时还可以将对对比试验与跳越试验结合起来寻找故障的起源。例如上述故障，可以把镀件经良好的前处理以后，跳越掉预镀镍和光亮硫酸盐镀铜，直接进入原光亮镀镍液中电镀。若这样所得的光亮镍层不出现发花现象，表明故障起源于光亮镀镍以前，原来的光亮镀镍液没有问题。

在对比试验时，需要有一种良好的溶液。怎样获得这种良好的溶液呢？倘若一个厂里有几条相同的电镀流水线，其中一条流水线有故障，其他的流水线没有故障，那末没有故障流水线上的镀液就可以作为良好的溶液；或者用邻近工厂中没有故障的相同镀液作为良好溶液。当以上条件都不具

备时，可以选用质量良好的原料，配制一定量的溶液进行对比。一般说来，用跳越试验或对比试验，或将两者结合起来试验，常见故障的起源是能够确定的。

二、确定故障的原因

找到了故障的起源，只是将故障缩小在某一工序范围内，故障的真正原因还未找出，在真正原因还未找出之前，要想有的放矢地排除故障还不可能。因此，接下去还要用全力查找故障的真正原因。

在一般的工艺资料中，往往列有某些故障的“可能原因”。这些“可能原因”都是广大电镀工作者长期实践经验的总结，对分析故障的真正原因有一定帮助。但要确定故障的真正原因，应该针对具体的故障，了解情况，观察现象；有时还要进行适当的试验。

1. 了解情况，观察现象

故障通常是由某些因素的变化引起的，或是溶液成分发生了变化，或是溶液中杂质的不断增多，或是操作条件的改变，原材料规格的改变等等。在镀液出故障时，首先要对当时的情况变化进行了解，做到心中有数。例如日本有一个电镀厂出了一种时有时无的故障，长期不能解决，请了许多专家、权威去协助分析故障，均未找到故障原因。后来该厂请了一位实践经验较为丰富的工程师去帮助查找故障原因，他接连查了几天，也未查出原因，正当他走头无路，进退两难时，他想起了要“不耻下问，了解情况”，于是他到处了解情况，除了向技术人员、工人了解外，还到清洁工人那里去了解情况，结果，有一位擦玻璃窗的老人告诉他，凡是她把窗开着的时候，电镀就有问题，当她把窗关起来的时候，电镀

就没有问题了。根据老人提供的情况，这位工程师终于找到了由于风向的原因，使有机溶剂除油液中的三氯乙烯气体吹到环行自动线上的零件表面上，从而造成了故障。这位工程师深有体会地说：“了解情况极为重要”。

有些故障原因不同，现象也略有差异，所以有时可以从故障现象分析故障原因。例如钢铁零件上电镀铜→镍→铬出现结合力不好。大块脱皮，脱起的上层是镍，下层也是镍，这种镍与镍之间的大块脱皮，大多数是镀镍过程中断电造成的；若大块脱皮的上层是铜，下层是铁，则是镀前处理有问题，可能铁件镀前钝化或有置换层引起的；假使脱皮的上层是铬，下层是镍，那末多数是镀铬前镍层钝化所致；倘若脱皮的上层是铬，下层也是铬，那就是镀铬过程中断电而产生的……。

总之，了解情况，观察现象，有助于分析故障，并能确定部分故障的原因。但是大部分故障，还需用小型镀槽试验来确定。

2. 小型镀槽试验

用小型镀槽试验（以下简称小试验）分析故障原因是比较可靠而行之有效的。它容积小，损失少，操作简便，速度快，效果好。

由于多数故障的现象及生产中的状况，能从小试验中反映出来，所以大多数的故障原因，可以用小试验进行分析。但也有少数故障现象，在小试验时反映不出来。所以用小试验分析故障原因的先决条件是：小试验要能反映大槽生产中的状况。

常用的小试验有烧杯试验、赫尔槽试验及不同容积的小槽试验。

（1）烧杯试验 烧杯试验就是以烧杯为镀槽，一边挂入

阳极，另一边悬挂阴极进行电镀（见图 1-1）。试验时，阳极大小要适当，阴极形状尽可能复杂些，使阴极表面有明显的高电流密度处和低电流密度处，这样，可以从一次试验的阴极样板上看到不同电流密度下镀层的状况，有利于分析故障。

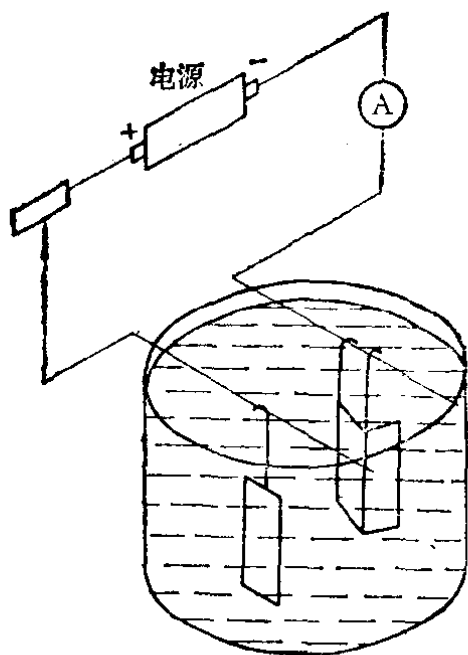


图1-1 直角形阴极烧杯试验

一般烧杯试验时使用的阴极为图 1-1 所示的直角形阴极，材料为铜皮或不锈钢皮，尺寸为 50 毫米×50 毫米，厚度为 0.25~1 毫米。试验时，凹角背着阳极，凸角面向阳极，这样，使凸出部位的电流密度较大，凹角部位的电流密度较小，这样就能从一块阴极样板上，看到较宽电流密度范围内镀层的状况。

用烧杯试验分析故障，若要同时了解几个因素影响时，可以取几个烧杯进行组合平行试验，如图 1-2 所示。例如光亮硫酸盐镀铜出现低电流密度区镀层不亮，可能的原因是：①

镀液中缺少N或M；②缺少硫酸；③镀液中有一价铜存在。这时可以取五个相同容积的烧杯，进行组合平行试验。试验时，五个烧杯中加入相同体积的镀铜液，然后在第一个烧杯中加入适量的N光亮剂；第二个烧杯中加入适量的M光亮剂；第三个烧杯中加入适量的硫酸；第四个烧杯中加入适量的（一般为0.05毫升/升）30%的双氧水，以使一价铜氧化为二价铜；第五个烧杯不加任何试剂，作空白对比。试验后，将前面四个烧杯中所得的样板与第五个烧杯中的样板进行对比，看哪一块（或二块）样板低电流密度区镀层的光亮度有较明显的改善，经几次组合平行试验，一般来说，故障的原因是能够找到的。

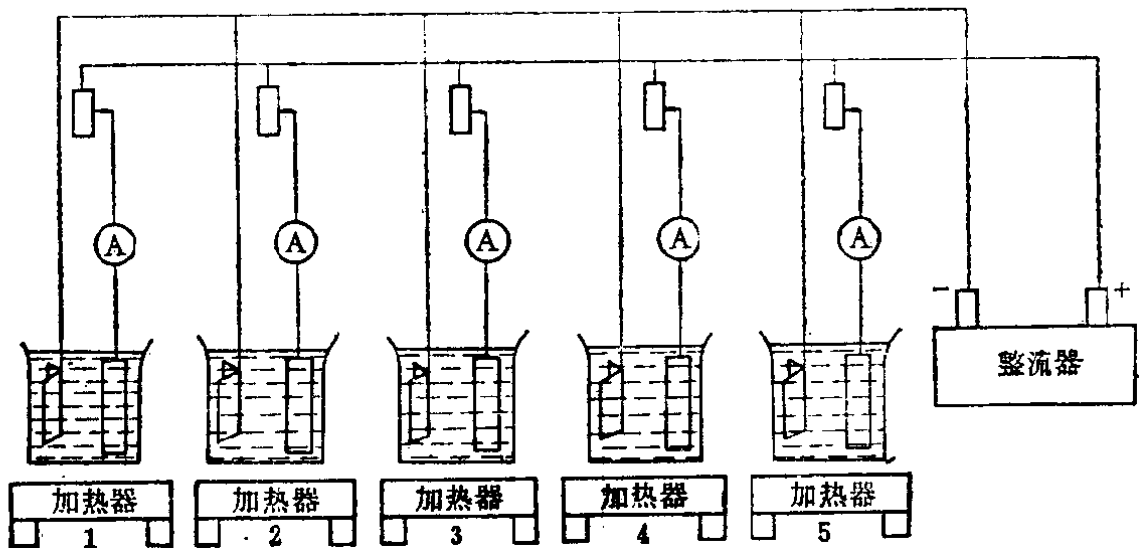
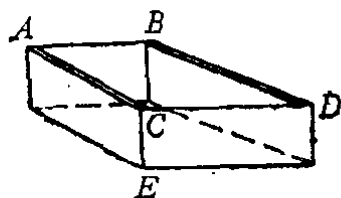


图1-2 烧杯组合平行试验

(2) 赫尔槽试验 赫尔槽是一种简便而又快速的小型电镀试验槽。它有固定的形状和尺寸，现在有250毫升、267毫升、320毫升、534毫升和1000毫升五种容积。其中250毫升、267毫升和320毫升的槽子形状和尺寸是相同的（见表1-1），试验时向槽中注入250毫升溶液，就称为250毫升

的赫尔槽，注入 267 毫升或 320 毫升溶液，就称为 267 毫升或 320 毫升的赫尔槽。这种槽子体积小，效果好，应用最普遍，我国大多数单位都采用 250 毫升的赫尔槽做试验。

表1-1 赫尔槽的尺寸（内径）



	267毫升的尺寸	250毫升的尺寸	320毫升的尺寸	1000 毫升的尺寸
AB	47.6毫米			119毫米
BD	101.7毫米			127毫米
AC	63.5毫米	同267毫升	同267毫升	86毫米
CD	127毫米			213毫米
CE	63.5毫米			81毫米

① 赫尔槽试验的装置 赫尔槽试验的线路如图 1-3 所示。

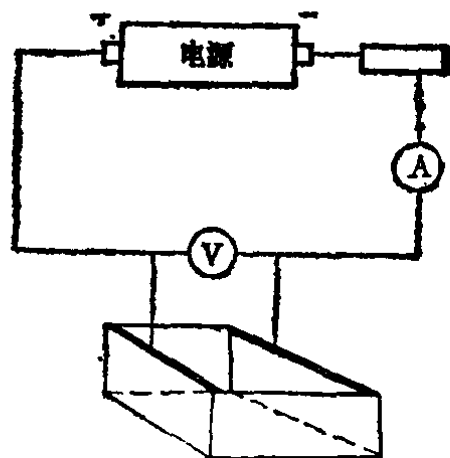


图1-3 赫尔槽试验线路图

赫尔槽中阴极的尺寸为 101×63 毫米, 厚度为 $0.2 \sim 1$ 毫米。材料可以用不锈钢、铜片、黄铜片或铁片(包括镀锌铁片和镀锡铁片)等。对于试验镀镍、氰化镀铜或氰化镀铜-锡合金等镀液时, 阴极以不锈钢和铁片为好。因为不锈钢在稀硝酸中不溶解, 所以试验后不需保存的样板, 只要将它放在稀硝酸中浸一段时间, 样板上的镀层很快被退除掉, 不锈钢阴极可继续使用。对于试验硫酸盐镀铜液时, 阴极以铜片或黄铜片为好。因为铁片浸入硫酸盐镀铜液中, 很快会形成置换铜层, 造成阴极样板上出现不正常的现象。若要用铁片作为硫酸盐镀铜液试验的阴极样板时, 试验前最好先预镀镍。

赫尔槽中阳极的尺寸为 63×63 毫米, 厚度为 1 毫米左右。其材料一般与生产中使用的阳极相同。阳极形状一般为平面薄片, 对于一些易于钝化的阳极, 可以制成瓦楞形或网状。

② 赫尔槽阴极样板上的电流分布 从赫尔槽中阴极与阳极之间的位置排布, 就可以看出阴极上各个部位的电流密度是不一样的。离阳极较近的一端(称为近端)电流密度较大, 然后随着阴极与阳极的距离增大, 它的电流密度逐渐减小。直至离阳极最远的一端(称为远端), 它的电流密度最小。

赫尔槽阴极样板上的电流分布, 最初是用实验的方法, 以可拆卸的阴极测定硫酸盐镀铜液中所得镀层的金属分布。由于硫酸盐镀铜液的阴极电流效率接近 100% , 而且它的电流效率不随电流密度而变化, 所以阴极样板上的金属分布就等于它的电流密度分布。

从对硫酸盐镀铜液及其他电流效率接近 100% 的镀液进行的实验, 得到了赫尔槽阴极样板上电流密度分布的一系列数据, 如图 1-4 所示。

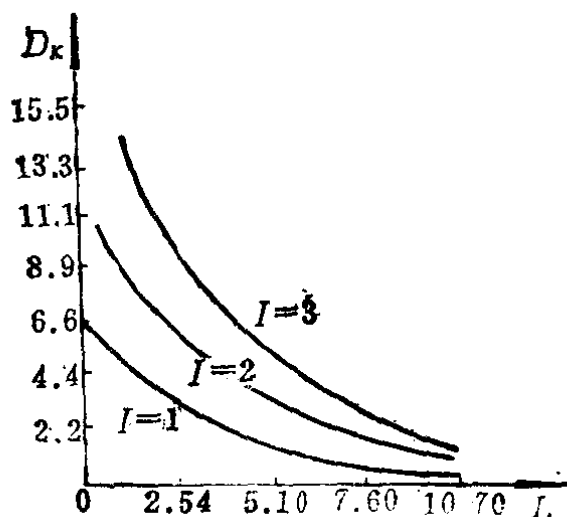


图1-4 阴极上各点离近端的距离与电流密度的关系

由图 1-4 可知，这些曲线中的电流密度与阴极上各点离阴极近端的距离之间，具有对数的关系，因此，当时总结出了如下的关系式：

$$D_K = I(C_1 - C_2 \lg L)$$

式中 I —— 试验时的电流强度（安）；
 L —— 阴极样板上某点至阴极近端的距离（厘米）；

C_1 和 C_2 —— 与溶液性能有关的常数。

经过反复实验得出：

1000 毫升的赫尔槽 $C_1 = 3.26$ ； $C_2 = 3.05$

267 毫升的赫尔槽 $C_1 = 5.1$ ； $C_2 = 5.24$

最后得到如下两个经验公式：

1000 毫升的赫尔槽中 $D_K = I(3.26 - 3.05 \lg L)$

267 毫升的赫尔槽中 $D_K = I(5.1 - 5.24 \lg L)$

上述经验公式，用于靠近阴极两端点的电流密度计算值是不正确的。267 毫升赫尔槽的阴极样板上，离近端 0.64 厘

米以上和离远端 1 厘米以上的范围内，计算所得的电流密度值可以作为参考。

为了方便起见，现把 250 毫升赫尔槽阴极样板上电流密度的分布列于表 1-2。

表1-2 250毫升赫尔槽阴极上的电流分布

离近端距离(厘米)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	5.45	3.74	2.78	2.08	1.54	1.09	0.72	0.40	0.11
2	10.90	7.48	5.55	4.17	3.08	2.18	1.43	0.79	0.21
3	16.34	11.21	8.33	6.25	4.61	3.27	2.15	1.19	0.32
4	21.79	14.95	11.11	8.33	6.15	4.36	2.86	1.58	0.43
5	27.23	18.69	13.88	10.41	7.69	5.45	3.58	1.98	0.53

由表 1-2 可以看出，赫尔槽阴极样板上近端的电流密度比远端大 50 多倍，这样，做一次赫尔槽试验，就可以看出相当宽的电流密度范围内镀层质量的状况。

③ 试验时的操作步骤 量取 250 毫升被测镀液，置于赫尔槽中，并控制镀液温度在指定的范围内，放入经充分洗净的阳极和阴极，使它们紧贴在槽壁上，然后按试验的线路接通电源，再变动可变电阻调节试验所需的电流强度（一般用 1 安培或 2 安培，镀铬用 5~10 安培），试验时，要经常注意并保持电流数值的恒定，防止由于阳极钝化或其他原因使电流下降或上升，直至到达规定试验的时间（一般为 5 分钟或 10 分钟，特殊情况下可自行决定）时，关闭电源，取出阴极样板，经充分清洗、干燥，最后将样板上的镀层状况绘图记录或涂上清漆后保存。