团体标标

T/SZS 4033. 2-2021

# 无氰电铸硬足金饰品 第 2 部分:工艺参数规范

Non-cyanide gold electroforming for hard pure gold ornaments-

Part 2: Technical parameter specification

2021-07-22 发布 2021-07-22 实施

# 目 次

前	言		ΙI
1	范围		. 1
		=	
3	术语和定义		. 1
		8备	
6	工艺流程		. 3
附	录 A(规范性)	无氰电铸金开缸工艺要求	. 6
附	录 B(规范性)	电镀碱铜	10
附	录 C (规范性)	电镀酸铜	13

# 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由深圳市宝联珠宝标准与信息技术促进中心提出。

本文件由深圳市深圳标准促进会归口。

本文件起草单位:深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、深圳市翠绿首饰股份有限公司、华津国检(深圳)金银珠宝检验中心有限公司、深圳市联合蓝海黄金材料科技股份有限公司、深圳百泰投资控股集团有限公司、深圳市星光达珠宝首饰实业有限公司、深圳市钻之韵珠宝首饰有限公司、深圳市宝怡珠宝首饰有限公司、深圳宝福珠宝有限公司、深圳市吉盟珠宝股份有限公司、深圳市甘露珠宝首饰有限公司、周大生珠宝股份有限公司、东莞市金龙珠宝首饰有限公司、深圳市欧祺亚实业有限公司、深圳市瑞麒珠宝首饰有限公司、深圳市金玉福珠宝首饰有限公司、港福珠宝(深圳)有限公司、深圳市粤豪珠宝有限公司、深圳市金宝盈文化股份有限公司、深圳市宝联珠宝标准与信息技术促进中心。

本文件主要起草人:杨佩、黄万洲、张海龙、王彤、王德雨、王林、高婷、周灿坤、徐兴阳、李章平、罗雪莹、马骏。

## 无氰电铸硬足金饰品 第2部分: 工艺参数规范

警告: 生产过程中不得故意添加和使用有害化学品。

注意:本文件并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件,符合国家环保、安全等相应标准。

### 1 范围

本文件规定了硬足金饰品的一种无氰(亚硫酸盐体系)电铸的通用技术方法。

本文件适用于硬足金饰品电铸加工工艺,技术方法不包括设计、起版、开模及车磨打等后处理工序。 贵金属饰品电铸加工工艺可参照执行。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件, 仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

T/SZS 4033.1 无氰电铸硬足金饰品 第1部分:通用要求

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3. 1

### 无氰 non-cyanide

即亚硫酸盐体系,是由亚硫酸盐作为配方的主要物质和其它各种化学物质按照一定的比例和条件组合而成的整体。

注: 在无氰电铸金的电铸液系列里,用来使电铸液中的金按照设计要求沉积在阴极上。

3. 2

### 主络合剂 main complexing agent

用以与电铸液中金离子形成主要络合离子的化学试剂。

3.3

### 辅助络合剂 auxiliary complexing agent

用以辅助主络合剂与电铸液中金离子形成络合离子的化学试剂。

3. 4

### pH 值缓冲剂 pH-buffering agent

用以使电铸液能够在一定程度上抵消、减轻外加强酸或强碱对其酸碱度的影响,保持 pH 值相对稳定的化学试剂。

3. 5

### 掩蔽剂 screening agent

### T/SZS 4033. 2-2021

用以掩蔽干扰离子(如Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、Fe<sup>3+</sup>等)的化学试剂。

3.6

### 稳定剂 stabilizing agent

用以稳定电铸液化学性能的化学试剂。

3.7

### 导电盐 conductive salt

用以增加电铸溶液的导电能力,改善允许使用的电流密度范围的一类盐。

3.8

### 上挂 hanging up

将芯模以合适的方式固定在阴极挂笼上的工艺。

3. 9

### 浸泡水洗 bathing

将芯模浸没清洗槽内清洗干净的工艺。

3. 10

### 喷淋水洗 spraying

取出芯模,并用去离子水冲洗干净的工艺。

3. 11

### 吊色 hanging and cleaning

使用酸性溶液去除硬足金饰品内外表面残存杂质的工艺。

### 4 原理

无氰电铸金是利用电沉积原理,在电场力的作用下,将电铸液中的金离子迁移并还原沉积到阴极芯模上,从而得到具有一定厚度的电铸金层。无氰电铸特点是整个过程没有氰化物参与。

### 5 试剂、材料及设备

### 5.1 试剂

除非另有说明,本文件中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

### 5.2 材料

电铸金所需主要材料要求见表 1。

表 1 电铸金所需主要材料

材料	技术标准	用途
金料	金含量≥99.99 ‰	制备氯金酸
盐酸、硝酸	分析纯	溶金
氨水	分析纯	制备金盐
亚硫酸钠	分析纯	主络合
辅助络合剂	分析纯	辅助络合
PH 值缓冲剂	分析纯	稳定电铸液 pH 值
掩蔽剂	分析纯	掩蔽杂质元素干扰
稳定剂	分析纯	维持电铸液稳定

材料	技术标准	用途
导电盐	分析纯	增强导电性
硫酸	分析纯	吊色(去除杂质、增强光亮度等)
磷酸	分析纯	调节 pH 值
氢氧化钾 (钠)	分析纯	调节 pH 值

### 5.3 设备

- 5.3.1 电铸金缸: 电铸金缸是电铸金过程的主体设备, 具体要求及参数应符合附录 A。
- 5.3.2 碱性镀铜缸:碱铜缸是预镀铜的主要设备之一,具体要求及参数应符合附录 B。
- 5.3.3 酸性镀铜缸:酸铜缸是预镀铜的主要设备之一,具体要求及参数应符合附录 C。
- 5.3.4 电解除油缸:满足电铸金前对芯模电解除油基本要求的设备。
- 5.3.5 三联清洗缸:清洗挂笼、产品的主要设备,常规款式以 PP 作为清洗缸主体材料,厚度在 10~20 mm 之间,配备溢流水位装置、入水手动补水装置以及出水球阀开关装置等。
- 5.3.6 喷淋槽:冲洗挂笼及产品的配套装置。
- 5.3.7 回收缸:回收废水、废液的配套装置。
- 5.3.8 吹货台:吹干挂笼及产品的配套装置。

### 6 工艺流程

- 6.1 无氰电铸的工艺流程如下: 选择上挂方式→涂银油→称重、上挂→电镀碱铜→电镀酸铜→称重→电铸金→脱模→吊色→烘干。
- 6.2 电铸金的工艺流程如下: 浸泡水洗→活化→喷淋水洗→下缸电铸→起缸→称重。
- 6.3 根据芯模的种类,选择对应的工艺,见图1所示。

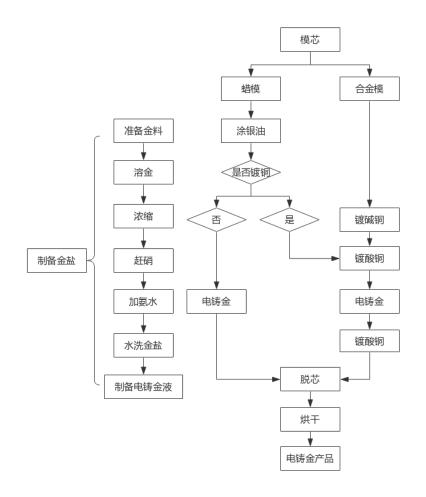


图1 无氰电铸工艺流程

### 7 工艺技术要求

### 7.1 涂银油

- 7.1.1 电铸金前需在蜡模表面预涂(可刷涂或喷涂)银油,导电材料为银粒子,粘结材料为热塑性树脂。
- 7.1.2 银油在使用前需充分搅拌均匀,银油自然晾干凝固后,厚度应在  $5\sim15~\mu\,\mathrm{m}$  之间,阻值表现:  $<1~\Omega/\mathrm{cm}^2$ 。

### 7.2 称重、上挂

不同款式的货品,上挂前需称重,并记录克重,后上挂(电镀铜专用阴极挂笼)。

### 7.3 电镀碱铜

将完成上挂的阴极挂笼放置到设置好各项参数的碱铜缸内进行电镀碱铜。工艺条件应符合附录 B。 注:蜡模则在涂银油之后直接电镀酸铜,无须镀碱铜。

### 7.4 电镀酸铜

电镀酸铜工艺条件应符合附录C。

### 7.5 称重

称量电镀铜后芯模克重,并记录。

### 7.6 电铸金

### 7.6.1 活化

将芯模在活化酸盐溶液内浸没 10 s 以上。

### 7.6.2 下缸电铸

参照表 2 将无氰电铸金缸的各项工艺参数调至最佳工作状态,然后下缸电铸。

表 2 无氰电铸金缸的工艺参数

71		
整流机	稳流模式	
电流密度	0. 1~0. 5 A/dm²	
电铸液 pH 值	6.8~9.5	
电铸液温度	38 ℃~42 ℃(蜡模)	
	45 ℃~55 ℃ (合金模)	
旋转转速	≤30 r/min	
过滤流量	15∼50 L/min	
时间	8∼22 h	

注 1: 不同配方的电铸液 pH 值, 自行优化至最佳范围;

### 7.7 脱模

### 7.7.1 蜡模脱模

蜡模产品的脱模包括: 除蜡、除银和除杂质。

### 7.7.2 合金模脱模

合金模产品的脱模包括:除芯,除杂。不同材质的合金模需按照对应工艺条件脱模。

### 8 合格检验

按 T/SZS 4033.1 的要求和测试方法进行合格判定。

注 2: . 电铸时间根据产品上金克重的要求可合理缩短或延长。

# 附 录 A (规范性) 无氰电铸金开缸工艺标准

### A.1 设备要求

### A.1.1 结构

无氰电铸金缸主要包括: 主槽,副槽,阳极网,阴极挂笼,循环系统(单/双),加热系统,过滤系统,操控箱以及整流机等,常见类型示意图如图 A.1 所示。

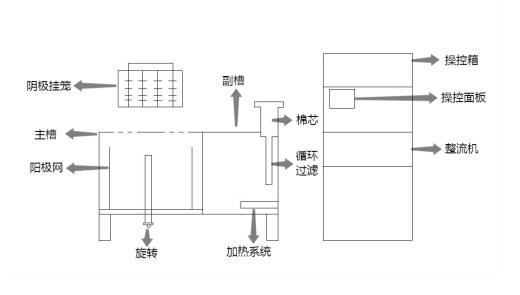


图 A.1 电铸金缸示意图

### A. 1. 2 参数

无氰电铸金缸设备要求及常规参数见表 A. 2。

表 A. 2 电铸金缸常规参数表

主要参数	规格
缸体主要材料	PP
阳极网	钛网涂钌铱层
整流器	12 V/100 A
输入电压	220 V
功率	3000 W
过滤系统	流量: 0~50 L/min
循环系统	流量: 0~50 L/min
加热系统	室温~100 ℃
电流密度	0.1~0.5 A/dm²
棉芯过滤精度	0.5∼10 µm

### A. 2 开缸工艺流程及技术要求

### A. 2. 1 洗缸

- **A. 2. 1. 1** 在电铸缸内注入有效体积的去离子水,加入适量氢氧化钠/钾,调节水溶液 pH 值为  $9\sim9.5$  之间。
- A. 2. 1. 2 调整电铸金缸各项参数,见附录表 A. 3,运行 24 h以上。

项目 工艺参数

pH 值 9.0~9.5

温度 60 ℃

循环系统 流量: 50 L/min

过滤系统 流量: 50 L/min

持续时间 ≥24 h

表 A. 3 电铸金缸洗缸的工艺参数

- A. 2. 1. 3 通过蠕动泵等工具,将洗缸废水抽出,用干净的毛巾仔细擦净缸体内壁及角落。
- A. 2. 1. 4 第二次在电铸缸内注入有效体积的去离子水,开启循环持续 2 h,若缸内溶液不为中性,则 重复 A. 2. 1. 3~A. 2. 1. 4, 直至缸内溶液为中性为止。
- A. 2. 1. 5 通过蠕动泵等工具,将洗缸废水抽出,用干净的毛巾仔细擦净缸体内壁及角落,备用。

### A. 2. 2 制备金盐

### A. 2. 2. 1 准备金料

含金量≥99.99%的金料。

### A. 2. 2. 2 溶金

以溶解 1000.0 g 金料举例,溶金全程必须在开启排风的通风橱内进行,且戴上手套等防护用品。溶金步骤:

- a) 将准确称量好的金料放入耐高温的石英玻璃烧杯中,加入 2100 mL 盐酸和 350 mL 硝酸的混合酸溶解;
  - b) 将烧杯放置在电炉上加热至 60 ℃, 持续 0.5 h;
  - c) 再缓慢加入 350 mL 硝酸, 直至金料完全溶解。

### A. 2. 2. 3 第一次浓缩

将电炉升温至金水沸腾,蒸发溶液体积至 1200~1500 mL 之间,此时金水为浓稠的血红色。

### A. 2. 2. 4 第一次赶硝

关闭加热, 待烧杯及金水温度下降后(约5min左右),沿着烧杯壁,缓慢加入500 mL盐酸。

### A. 2. 2. 5 第二次浓缩

打开加热,升温至金水沸腾,蒸发金水体积至1200~1500 mL之间。

### A. 2. 2. 6 第二次赶硝

关闭加热,待烧杯及金水温度下降后(约 5min 左右),沿着烧杯壁,缓慢加入 500 mL 盐酸。

T/SZS 4033. 2-2021

### A. 2. 2. 7 第三次浓缩

A. 2. 2. 7. 1 打开加热,升温至金水沸腾,蒸发金水体积至 1200~1500 mL 之间。

A. 2. 2. 7. 2 判断是否赶硝完成,可取 100 mL 盐酸加入金水中,观察是否有黄烟冒出。如有,则重复赶硝、浓缩过程一次。

### A. 2. 2. 8 稀释

加入5倍体积去离子水,搅拌1min,静置10min。

### A. 2. 2. 9 加氨水

将金水转移至 120 L 专用塑料桶内,在搅拌的条件下,沿着桶壁,缓慢加入氨水(每 1000 g 金,需要 6000 mL 氨水),此时塑料桶内大量放热,且生成棕黄色沉淀物,即金盐。

### A. 2. 2. 10 水洗

洗干净抽滤瓶,布氏漏斗,准备好滤纸筒。将塑料桶内反应完全的混合溶液用 500 mL 塑料量杯转移至布氏漏斗中,开启抽滤,用 80 ℃以上的去离子水,浸泡金盐,并抽滤。重复此步骤 10~12 次,直至将金盐洗至无氨味、无氯离子为止。用广泛 pH 试纸检测布氏漏斗出水口的溶液,pH 值在 8 以下即可。

### A. 2. 2. 11 封存

金盐不可干燥储存,最好现作现用,如有必要储存,可用去离子水让其保持湿润状态,并持续关注 其情况。

### A. 2. 3 制备电铸金溶液

金盐的络合有两种方式: 缸内络合和缸外络合。根据实际情况,可选取其一进行。

### A. 2. 3. 1 缸内络合

检查洗好的金盐,确保金盐清洗干净。检查方法:用 pH 试纸测试滤液,如果 pH≤8,说明金盐清洗干净。缸内络合的步骤如下:

- a) 在电铸缸内注入适量去离子水,加入稳定剂,开启循环,搅拌均匀,并将缸内温度升至60℃;
- b) 配制浓度为 2.4 %的稀硫酸 6 L,缓慢加入电镀缸内:
- c) 在电铸缸内加入按比例计算好的适量主络合剂、辅助络合剂、导电盐、掩蔽剂等,开启循环, 搅拌均匀;
- d) 将制备好的金盐沉淀缓慢少量多次地加入电铸液溶液中,待电铸液澄清、透明,将缸内温度降低至 40 ℃,加入按比例计算好的适量缓冲剂,调节缸内 pH 值至 7.2~7.4 之间。

### A. 2. 3. 2 缸外络合

检查洗好的金盐,确保金盐清洗干净。检查方法:用 pH 试纸测试滤液,如果 pH≤8,说明金盐清洗干净。缸外络合的步骤如下:

- a) 配制浓度为 2.4 %的稀硫酸 6 L, 配好备用;
- b) 向反应釜内先加入 20 L 水以用来溶解主络合剂。将反应釜温度调到 70 ℃,向反应釜加入主络合剂 4.5 kg,开启搅拌使主络合剂快速溶解;
- c) 主络合剂溶解完后,液体颜色呈无色透明,向反应釜内加入金盐(滤纸上残留的少量金盐用少量的水冲洗一起加入反应釜中),关闭反应釜盖子,开启搅拌。滤纸集中回收;

- d) 将稀硫酸倒入玻璃容器中,缓慢滴加到反应釜中,促进络合。络合金盐一般需要六个小时,络 合完成后溶液 A 颜色是无色或者淡黄色;
- e) 在电铸缸内注入适量去离子水,加入稳定剂,开启循环,搅拌均匀,并将缸内温度升至60℃;
- f) 在电铸缸内加入按比例计算好的主络合剂(剩余的),辅助络合剂,导电盐,掩蔽剂等,开启循环,搅拌均匀。将缸内温度降至 40~℃,加入缓冲盐。调节缸内 pH 值至  $7.2^{\sim}7.4$  之间;
- g) 将溶液 A 转移至电铸缸内,开启循环,搅拌均匀,确保缸内溶液 pH 值在 7.2<sup>~</sup>7.4 之间。 至此,无氰电铸金开缸完成。无氰电铸金开缸工艺流程见图 A2。

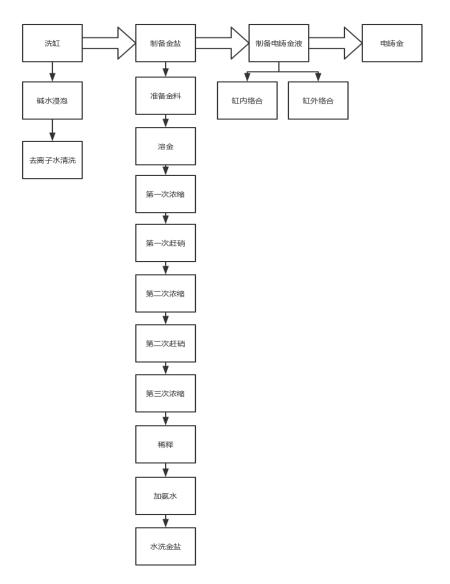


图 A. 2 无氰电铸金开缸工艺流程

### 附 录 B (规范性) 电镀碱铜

### B.1 设备

### B. 1. 1 结构

无氰电铸金工艺采用的碱铜缸,主要包括: 主槽,副槽,阳极支架,阴极挂笼,钛篮(袋),过滤、循环系统,恒温系统,操控箱以及整流机等,常见类型示意图如图 B.1 所示。

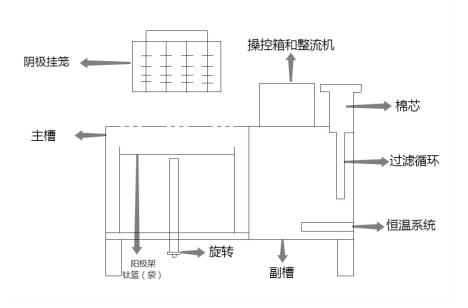


图 B. 1 碱铜缸示意图

### B. 1. 2 参数

碱铜缸设备要求及常规参数见表 B.1。

表 B. 1 碱铜缸设备要求及常规参数

设备零部件	要求及常规参数
缸体主要材料	PP
镀槽	柔钢槽内衬合适的橡胶、聚氯乙烯或聚丙烯
温控材料	不锈钢、钛或石英电热笔
循环过滤	过滤泵能在 1 小时内将电铸液过滤 4 次
1月小尺龙	建议在过滤泵中加入碳粉约 0.3 g/L 连续过滤电铸液
阳极袋	建议使用聚丙烯阳极袋
整流机	12 V/100 A
铜	无氧纯铜
输入电压	220 V
棉芯精度	5 μm

### B. 2 试剂

碱铜缸开缸试剂主要材料见表 B. 2。

表 B. 2 碱铜缸开缸试剂表

名称	编号
无氰碱铜开缸剂	MK212A
无氰碱铜补充剂	MK212B
无氰碱铜 pH 调整剂	MK212C

### B. 3 碱铜缸开缸工艺要求

电镀碱铜开缸工艺流程见图 B. 2,操作步骤如下:

- a) 注入三分之一的纯水于镀槽中;
- b) 依顺序加入所需的无氰碱铜开缸剂 MK212A 和无氰碱铜补充剂 MK212B, 加入无氰碱铜 pH 调整剂 MK212C 并调整 pH 至要求,同时搅拌使其完全混合;
- c) 加水至最终水位,搅拌均匀,加热至操作范围,可试镀。

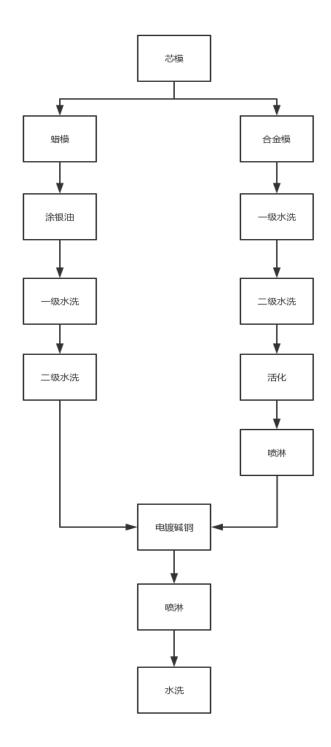


图 B. 2 无氰电铸金碱铜缸工艺流程

### 附 录 C (规范性) 电镀酸铜

### C.1 设备

### C. 1. 1 结构

无氰电铸金工艺采用的酸铜缸,主要包括: 主槽,副槽,阳极支架,阴极挂笼,钛篮(袋),过滤、循环系统,恒温系统,操控箱以及整流机等,常见类型示意图如图 C.1 所示。

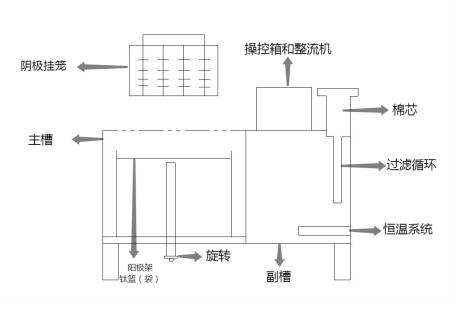


图 C.1 酸铜缸示意图

### C. 1. 2 参数

酸铜缸设备要求及常规参数见表 C.1。

表 C. 1 酸铜缸设备要求及常规参数

The state of the s		
设备零部件	要求及常规参数	
镀槽	柔钢槽内衬合适的橡胶、聚氯乙烯或聚丙烯	
温控材料	不锈钢、钛或石英电热笔	
循环过滤	过滤泵能在 1 小时内将电铸液过滤 4 次	
	建议在过滤泵中加入碳粉约 0.3 g/L 连续过滤电铸液	
阳极袋	建议使用聚丙烯阳极袋	
整流机	12 V/100 A	
铜	铜含量: <b>ω</b> (Cu) %≥99.9%, 无氧磷铜	
棉芯精度	5 μm	

### C. 2 试剂

电镀酸铜所需主要工艺材料要求见表C.2。

 工艺材料
 技术标准
 用途

 氢氧化钠
 分析纯
 电解除油

 盐酸
 分析纯
 弱浸蚀

 硫酸铜
 分析纯
 镀铜

 硫酸
 分析纯
 镀铜、出光、钝化、退镀

表C. 2 主要工艺用材料

### C. 3 电镀酸铜开缸工艺要求

电镀酸铜开缸工艺流程见图 C.2, 操作步骤如下:

- a) 根据欲配溶液体积计算好所需化学药品量,将硫酸铜用热蒸馏水(或去离子水)溶解,加入少量硫酸(化学纯或电池级,其数量约为需求量的1/10左右),以防止硫酸铜水解;
- b) 加入 $0.5 \text{ ml/L} \sim 1 \text{ ml/L}$ 的双氧水(30%),加入 $1 \text{ g/L} \sim 2 \text{ g/L}$ 活性碳,搅拌半小时,静止数小时(最好过夜);
- c) 过滤溶液,加入硫酸、光亮剂,搅拌均匀;
- d) 取样分析,经调整试镀合格后即可投入生产。

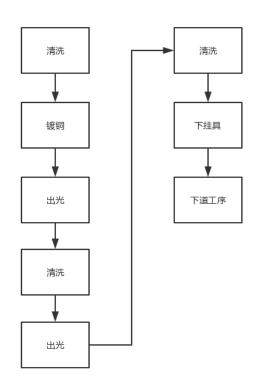


图 C. 2 无氰电铸金酸铜缸工艺流程