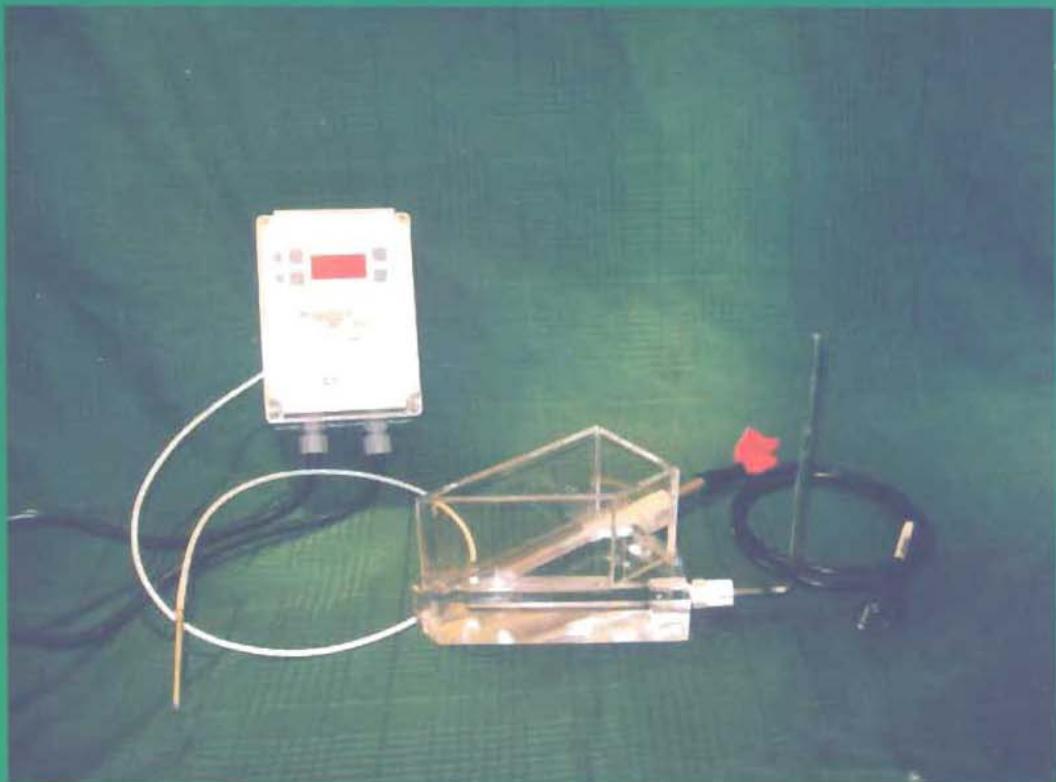


Chủ biên: Nguyễn Văn Lộc

SỔ TAY CÔNG NGHỆ MẠ ĐIỆN



NHÀ XUẤT BẢN BÁCH KHOA - HÀ NỘI

NGUYỄN VĂN LỘC (Chủ biên)

SỔ TAY

CÔNG NGHỆ MẠ ĐIỆN

NHÀ XUẤT BẢN BÁCH KHOA – HÀ NỘI

Bản quyền thuộc về Nhà xuất bản Bách Khoa – Hà Nội.

Mọi hình thức xuất bản, sao chụp mà không có sự cho phép bằng văn bản của nhà xuất bản là vi phạm pháp luật.

Mã số: 47 - 2010 C/VB 728-BL BKHN

Biên mục trên xuất bản phẩm của Thư viện Quốc gia Việt Nam

Nguyễn Văn Lộc

Sổ tay công nghệ mạ điện / Nguyễn Văn Lộc. - H. : Bách khoa
Hà Nội, 2010. - 256 tr. : hình vẽ, bảng ; 24cm

Thư mục : tr. 255

1. Mạ điện 2. Công nghệ 3. Sổ tay
671.7 - dc14

BKE0006p-CIP

LỜI NÓI ĐẦU

Mạ điện là một trong những phương pháp rất hiệu quả để bảo vệ kim loại khỏi ăn mòn trong môi trường xám thực và trong khí quyển. Ngày nay các vật mạ điện có giá trị trang sức cao, có độ cứng, độ dẫn điện cao, được áp dụng rộng rãi trong các nhà máy cơ khí, ôtô, xe máy, xe đạp, các hàng kim khí tiêu dùng v.v. Ở các nước công nghiệp, ngành mạ điện phát triển rất mạnh.

Ở nước ta, ngành mạ điện luôn được hoàn thiện để có thể đáp ứng được nhu cầu ngày càng phát triển của công nghiệp. Trong những năm gần đây, những kỹ thuật mới về mạ, đặc biệt là mạ trang trí, mạ phi kim loại, ôxi hóa nhuộm màu nhôm v.v, có nhiều thành tựu và nghiên cứu phong phú.

Để thúc đẩy ngành mạ trong nước ngày càng phát triển, áp dụng những thành tựu tiên tiến của nước ngoài, chúng tôi viết cuốn sách **Sổ tay công nghệ mạ điện**.

Sách được viết thành 26 chương bao gồm các nội dung: xử lý bề mặt, mạ kẽm, mạ đồng, mạ nikén, mạ crôm, mạ bạc, mạ vàng, mạ thiếc, mạ hợp kim, mạ hóa học, tia trên phi kim loại, ôxi hóa nhôm và hợp kim nhôm, ôxi hóa, phôi/phát hóa sắt thép, kiểm tra tính năng dung dịch mạ, chất lượng mạ, phân tích dung dịch mạ, xử lý nước thải, bụi và khí độc hại và an toàn vệ sinh công nghiệp.

Trong quá trình biên soạn, chúng tôi đã chọn những dung dịch mạ mới, được áp dụng rộng rãi và có công nghệ kỹ thuật ổn định. Mỗi dung dịch sẽ được giới thiệu về phương pháp pha chế, bảo vệ và duy trì dung dịch, phân tích các sự cố và phương pháp khắc phục.

Sách viết có nội dung dễ hiểu và dễ áp dụng trong thực tế. Sách có thể dùng làm tài liệu học tập, giảng dạy cho các giáo viên, sinh viên, học sinh các trường, đồng thời còn là tài liệu tham khảo cho các cán bộ quản lý, kỹ thuật viên sử dụng trong thực tiễn sản xuất ngành mạ.

Tác giả

MỤC LỤC

LỜI NÓI ĐẦU	3
Chương 1. GIA CÔNG CƠ HỌC	7
I. Mài bóng và đánh bóng.....	7
II. Dánh bóng quay và đánh bóng rung.....	12
III. Các phương pháp gia công cơ khí khác.....	18
Chương 2. TẨY ĐẦU.....	21
I. Tẩy dầu dùng mồi hữu cơ.....	22
II. Tẩy dầu hóa học.....	23
III. Tẩy dầu điện hóa.....	26
IV. Những phương pháp tẩy dầu khác.....	27
Chương 3. TẨY GI.....	29
I. Chất tẩy gi thông thường.....	29
II. Tẩy gi kim loại.....	30
Chương 4. ĐÁNH BÓNG HÓA HỌC VÀ ĐÁNH BÓNG ĐIỆN	38
I. Đánh bóng hóa học.....	38
II. Đánh bóng điện hóa.....	41
Chương 5. XỬ LÝ BỀ MẶT NHỮNG KIM LOẠI KHÁC NHAU.....	45
I. Xử lý bề mặt sắt thép thông thường.....	45
II. Xử lý bề mặt đồng và hợp kim đồng.....	45
III. Xử lý bề mặt nhôm và hợp kim nhôm.....	46
Chương 6. MẠ KẼM.....	53
I. Mạ kẽm dung dịch muối amoni	53
II. Mạ kẽm dung dịch zin cat	56
III. Mạ kẽm dung dịch xianua	60
IV. Mạ kẽm dung dịch muối sunphat	63
V. Mạ kẽm dung dịch muối kali clorua	65
VI. Thụ động hóa	68
Chương 7. MẠ ĐỒNG.....	71
I. Mạ đồng dung dịch xianua	71
II. Mạ đồng dung dịch sunphat	74
III. Mạ đồng dung dịch piro photphat	77
Chương 8. MẠ NIKEN	80
I. Mạ niken thông thường	80
II. Mạ niken bóng	84
Chương 9. MẠ CRÔM	90
I. Những nhân tố ảnh hưởng đến chất lượng lớp mạ	90
II. Công nghệ mạ crôm	92
Chương 10. MẠ BẠC	96
I. Xử lý trước khi mạ	96

II. Mạ bạc dung dịch xianua.....	98
III. Dung dịch mạ bạc thiosunphat.....	101
IV. Phương pháp chống biến màu bạc.....	103
V. Thu hồi bạc.....	105
Chương 11. MẠ VÀNG	106
I. Mạ vàng dung dịch xianua.....	106
II. Mạ vàng dung dịch trung tính và axit.....	109
III. Mạ vàng dung dịch muối sunphit.....	110
Chương 12. MẠ THIỀC	113
I. Mạ thiếc tính kiềm.....	113
II. Mạ thiếc tính axit.....	116
Chương 13. MẠ HỢP KIM VÀNG	120
I. Mạ hợp kim vàng - coban.....	120
II. Mạ hợp kim vàng - nikén.....	121
III. mạ hợp kim vàng - đồng.....	121
IV. Mạ hợp kim au - sb.....	123
Chương 14. MẠ HỢP KIM ĐỒNG THIỀC	124
I. Tính chất và ứng dụng mạ hợp kim đồng thiếc.....	124
II. Dung dịch mạ hợp kim đồng thiếc piro phốtphat.....	124
III. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ hợp kim đồng thiếc piro phốtphat.....	126
IV. Dung dịch mạ hợp kim đồng thiếc muối citrat stanat.....	127
V. Dung dịch mạ hợp kim đồng - thiếc xianua.....	128
Chương 15. MẠ HÓA HỌC	133
I. Mạ nikén hóa học.....	133
II. Mạ đồng hóa học.....	143
Chương 16. MẠ TRÊN PHI KIM LOẠI	149
I. Mạ hóa học trên bề mặt chất dẻo ..	149
II. Mạ trên nhựa abs	151
III. Mạ trên nhựa polipropylen (pp)	156
IV. Mạ đồng hóa học trên nhựa pollurethan	158
V. Mạ trên nhựa polycacbonat (pc).....	158
VI. Làm thô bề mặt chất dẻo khác.....	160
VII. Mạ trực tiếp.....	161
Chương 17. ÔXI HÓA NHÔM VÀ HỢP KIM NHÔM	164
I. Ôxi hóa học nhôm và hợp kim nhôm.....	165
II. Công nghệ ôxi hóa nhôm điện hóa	167
III. Nhuộm màu màng ôxi hóa điện hóa	178
IV. Bit lõi màng ôxi hóa điện hóa	183
Chương 18. ÔXI HÓA SẮT THÉP	185
I. Phương pháp ôxi hóa tính kiềm	185
II. Phương pháp ôxi hóa axit	187
Chương 19. NHUỘM MÀU ĐỒNG VÀ HỢP KIM ĐỒNG	190
I. Xử lý trước khi nhuộm màu	190

II. Công nghệ nhuộm màu.....	190
Chương 20. PHÔTPHAT HÓA SAT THÉP	193
I. Chung loại phôtphat hóa	193
II. Công nghệ phôtphat hóa.....	194
III. Kiểm tra chất lượng màng phôt phat.....	203
Chương 21. KIỂM TRA TÍNH NĂNG DUNG DỊCH MẶ.....	205
I. Kiểm tra pH dung dịch.....	205
II. Kiểm tra dung dịch mặ bằng thí nghiệm hull	205
III. Phương pháp đo khả năng che phủ.....	210
Chương 22. KIỂM TRA CHẤT LƯỢNG CÁC LỚP MẶ.....	212
I. Kiểm tra bề mặt lớp mặ.....	212
II. Kiểm tra độ bám chắc lớp mặ	212
III. Kiểm tra độ dày lớp mặ.....	214
IV. Kiểm tra độ bền ăn mòn lớp mặ	215
V. Đo độ xốp lớp mặ	217
Chương 23. PHÂN TÍCH DUNG DỊCH MẶ.....	219
I. Phân tích dung dịch mặ kẽn.....	219
II. Phân tích dung dịch mặ đồng	222
III. Phân tích dung dịch mặ nikén.....	225
IV. Phân tích dung dịch mặ crôm.....	226
V. Phân tích dung dịch mặ bạc.....	228
VI. Phân tích dung dịch mặ vàng	230
VII. Phân tích dung dịch mặ thiếc	231
VIII. Phân tích và pha chế dung dịch chuẩn	234
IX. Pha chế chất chí thu và dung dịch đèn	237
Chương 24. XỬ LÝ NƯỚC THẢI MẶ	238
I. Xử lý nước thải có crôm.....	238
II. Xử lý nước thải kim loại nặng	241
III. Xử lý nước thải xianua	245
IV. Xử lý nước thải axit kiềm	247
Chương 25. XỬ LÝ BỤI VÀ KHÍ ĐỘC HẠI	249
I. Xử lý khí có bụi	249
II. Xử lý làm sạch khí NO ₂	250
III. Xử lý bụi mù axít crôm	251
IV. Kiểm chế bụi mù axít kiềm	252
Chương 26. AN TOÀN VÀ VỆ SINH CÔNG NGHIỆP TRONG PHÂN XƯƠNG MẶ	253
I. Những hóa chất độc hại trong phân xương mặ và cách xử lý	253
II. Yêu cầu khu thiết kế phân xưởng mặ	254
III. An toàn làm việc.....	254
TÀI LIỆU THAM KHẢO	255

Chương 1

GIA CÔNG CƠ HỌC

Gia công bề mặt trước khi mạ có ảnh hưởng quyết định đến chất lượng mạ, làm cho vật mạ được nhẵn bóng. Gia công bề mặt còn để khử sạch các lớp gi, các màng ôxi mỏng hoặc các chất bẩn dâu mờ bám trên bề mặt vật mạ, tạo điều kiện cho lớp mạ gắn chắc với kim loại nền.

Công nghệ xử lý trước khi mạ bề mặt kim loại, thường có 4 loại sau:

1. Gia công cơ khí

Mục đích làm bằng phẳng bề mặt kim loại bao gồm mài bóng, đánh bóng, quay bóng, phun cát v.v.

2. Xử lý hóa học

Bao gồm tẩy dầu, tẩy gi, mục đích làm sạch dầu, gi, lớp ôxi hóa trên bề mặt.

3. Xử lý điện hóa học

Dùng phương pháp điện hóa để làm tăng quá trình tẩy dầu, tẩy gi.

4. Xử lý siêu âm

Tiến hành tẩy dầu, tẩy gi bằng sóng siêu âm. Dùng để xử lý bề mặt sản phẩm có hình dáng phức tạp hoặc sản phẩm có yêu cầu rất cao.

I. MÀI BÓNG VÀ ĐÁNH BÓNG

1. Mài bóng

Mài bóng là qua trình gia công cơ khí làm bằng phẳng bề mặt kim loại thô; có thể loại bỏ màng ôxi hóa, vết gi, vết hàn, vết xước v.v. làm cho bề mặt kim loại bằng phẳng, bóng. Mài bóng được tiến hành bởi các hạt mài.

(1) Công nghệ mài bóng

a) Chọn hạt mài

Chọn hạt mài cần cù vào vật liệu gia công khác nhau và chất lượng gia công bể mài. Hạt mài thường dùng xem bảng 1 - 1.

Bảng I – 1. Đặc tính và công dụng hạt mài

Tên	Thành phần chủ yếu	Độ cứng	Tính dẻo	Cấu tạo	Độ hạt (mm)	Bề ngoài	Công dụng
Corundum nhân tạo	Al_2O_3	9	Dẻo	Tròn	0,75 – 0,50	Màu trắng hoặc tru	Dùng để mài bóng thép có cường độ cao, có tính dẻo nhất định (như thép tôi thép đúc, rèn)
Carbonundum	Al_2O_3 Fe_2O_3	7 – 8	Dẻo	Tru tròn	0,750 – 0,065	Màu đỏ đen	Mài bóng kim loại
Cát thạch anh	SiO_2	7	Dẻo	Tròn	0,750 – 0,013	Màu trắng hoặc vàng	Mài bóng, đánh bóng hoặc phun cát, quay bóng
Carborundum nhân tạo	SiC	9,2	Giòn dẽ vỡ	Sắc	0,750 – 0,13	Màu đen tím	Dùng để mài bóng. Kim loại có cường độ thấp (đồng kẽm, đồng thiếc, nhôm) kim loại cứng nhưng giòn (thép đúc, thép cacbon)

Độ hạt của hạt mài xem bảng I – 2.

Bảng 1 – 2. Chọn hạt mài khi mài bóng

Phân loại	Độ hạt (mm)	Công dụng
Mài thô	1,700 – 0,850	Lượng cắt gọt lớn, loại bỏ lớp mạ lớp giày v.v.
	0,750 – 0,425	Lượng cắt gọt lớn, loại bỏ lớp mạ lớp ôxít, gi, bavia bê mặt mài thô
Mài trung bình	0,300 – 0,191	Lượng cắt gọt trung bình, loại bỏ vết mài sau khi mài thô
	0,150 – 0,101	Lượng cắt gọt nhỏ, chuẩn bị mài tinh
Mài tinh	0,090 – 0,063	Lượng cắt gọt nhỏ, bê mặt tương đối bóng
	0,050 – 0,025	Lượng cắt gọt nhỏ, bê mặt bóng như gương

b) Công nghệ mài bóng

Mài bóng được tiến hành trên phớt mài có dính những hạt mài. Tốc độ dài của phớt mài có quan hệ mật thiết với hiệu quả mài bóng. Chọn tốc độ dài khác nhau căn cứ vào nguyên liệu sản phẩm khác nhau và yêu cầu độ bóng bề mặt khác nhau. Tốc độ dài yêu cầu khi mài bóng nguyên liệu khác nhau xem bảng 1 – 3, quan hệ giữa tốc độ quay và tốc độ dài xem bảng 1 – 4.

Bảng 1 – 3. Tốc độ dài thích hợp khi mài bóng các nguyên liệu khác nhau

<i>Nguyên liệu nên</i>	<i>Tốc độ dài mài bóng (m/giây)</i>
Sắt thép, thép dúc, niken, crôm	18 – 30
Đồng và hợp kim đồng, bạc	14 – 18
Nhôm, kẽm, thiếc, chì và hợp kim của chúng	10 – 14
Chất dẻo	10 – 15

Bảng 1 – 4. Quan hệ giữa tốc độ quay (vòng/phút) với tốc độ dài (m/giây) và đường kính phớt (mm)

<i>Tốc độ dài và tốc độ quay</i>	<i>Đường kính phớt (mm)</i>							
	100	200	300	400	500	600	700	800
800	4,2	8,4	12,6	16,7	20,9	25,1	29,3	33,5
1000	5,2	10,4	15,7	20,9	26,2	31,4	36,6	41,9
1200	6,3	12,6	18,8	25,1	31,4	37,7	44,0	50,3
1400	7,3	14,7	22,0	29,3	36,6	44,0	51,3	58,6
1600	8,4	16,8	25,1	33,5	41,9	50,3	58,6	67,0
1800	9,4	18,8	28,3	37,7	47,1	56,5	65,9	75,4
2000	10,4	20,9	31,4	41,9	52,3	62,8	73,3	83,8
2200	11,5	23,0	34,5	46,1	57,6	69,1	80,6	92,2
2400	12,6	25,1	37,7	50,2	62,8	75,4	87,9	100,5
2600	13,6	27,2	40,8	54,4	68,0	81,7	95,2	108,9
2800	14,7	29,3	44,0	58,6	73,3	88,0	102,6	117,3
3000	15,7	31,4	47,1	62,8	78,5	94,2	109,9	125,7

(2) Những sự cố và phương pháp khắc phục

Những sự cố và phương pháp khắc phục xem bảng 1 – 5.

Bảng 1 – 5. Những sự cố và phương pháp khắc phục khi mài bóng

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Sau khi mài bóng chất lượng bề mặt tẩy axit không tốt.	Trước khi mài bóng không tẩy axit	Thay đổi công nghệ mài bóng; trước tiên phải tẩy lớp ôxít, sau đó mài bóng.
Thời gian sử dụng phớt mài bóng ngắn, cát bị bong ra.	1. Lực ép của cát vào phớt mài không đủ; 2. Sau khi lăn cát không sấy khô; 3. Trước khi quét keo phớt mài không sấy; 4. Sau khi gán cát sấy ở nhiệt độ quá cao.	1. Khi lăn cát dùng thanh sắt xuyên vào đường kính phớt dung lực lăn chất; 2. Sấy thông gió ở nhiệt độ 40°C; 3. Trước khi quét keo phải sấy phớt mài trong tủ sấy ở nhiệt độ 60 – 80°C; 4. Khống chế nhiệt độ sấy không vượt quá 50°C.
Mài bóng bề mặt khó hết vết.	1. Cát thô lăn vào trong cát mịn; 2. Bề mặt sản phẩm thô.	1. Dùng riêng cát theo tiêu chuẩn để loại cát thô; 2. Nang cao tốc độ mài bóng thích hợp.

2. Đánh bóng

Mục đích đánh bóng làm cho bề mặt bằng phẳng, nhẵn, có độ bóng như gương. Đánh bóng bao gồm công đoạn đánh bóng thô, đánh bóng trung bình, đánh bóng tinh. Đánh bóng thô dùng phớt cứng đánh bóng bề mặt đã qua mài bóng hoặc chưa mài bóng, có tác dụng mài cắt nhất định với kim loại nén, loại bỏ vết mài thô. Đánh bóng trung bình dùng phớt tương đối cứng đánh bóng bề mặt đã qua đánh bóng thô, loại bỏ vết khi đánh bóng thô, bề mặt tương đối bóng. Đánh bóng tinh là công nghệ sau cùng khi đánh bóng, dùng phớt mềm, bề mặt bóng như gương. Đánh bóng dùng để xử lý bề mặt trước khi mạ cũng có thể để đánh bóng bề mặt sau khi mạ.

(1) Phớt đánh bóng

Phớt đánh bóng được làm từ vải bat, vải bóng, vải mộc v.v. Phớt có nhiều loại khác nhau.

a) Phớt khâu

Phớt làm từ vải, phớt khâu theo dạng đồng tâm hoặc đường xoắn ốc từ tâm phớt ra. Muốn có phớt cứng các đường khâu cách nhau 5 – 10 mm, phớt mềm hơn, đường khâu cách nhau 15 – 20 mm. Những phớt này dùng để đánh bóng thô.

b) Phớt không khâu

Phớt chỉ khâu ở giữa trung tâm là loại phớt mềm dùng để đánh bóng tinh.

c) Phớt ghép

Phớt tạo thành bởi tấm vải tròn, gấp hai hoặc gấp ba thành dạng túi sau đó gấp ép lấn nhau. Phớt có thể giữ thuốc đánh bóng, tinh đàn hồi tốt.

d) Phớt nhän

Phớt tạo thành do cuộn vải thành góc 45°, khâu liên tục, ép dẹt thành cuộn, những cuộn này bao quanh vòng tròn có rãnh thành dạng nhän, trung tâm phớt có tấm

giấy cứng có thể lắp với trục máy. Phớt này có tính tan nhiệt tốt, có thể đánh bóng những chi tiết lớn, tốc độ cao.

(2) Cao đánh bóng

Cao đánh bóng gồm có hạt mài và chất kết dính (ví dụ như stearic, parapin v.v.) có bán ở thị trường. Đặc điểm và công dụng của chúng xem bảng 1 – 6

Bảng 1 – 6. Phân loại đặc điểm và công dụng cao đánh bóng

Phân loại	Đặc điểm	Công dụng
Cao đánh bóng trắng	Thành phần gồm có CaO, MgO, và chất kết dính, hạt nhão, không sắc, dễ lâu bị biến chất	Đánh bóng kim loại mềm (nhôm, đồng v.v.), chất dẻo, đánh bóng tĩnh.
Cao đánh bóng đỏ	Thành phần gồm có Fe ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ và chất kết dính, độ cứng trung bình.	Đánh bóng sắt thép, đánh bóng thô nhôm, đồng v.v.
Cao đánh bóng xanh	Thành phần gồm có Cr ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ và chất kết dính lực cắt got lớn.	Đánh bóng thép hợp kim, crôm, thép không gỉ.

(3) Dung dịch đánh bóng

Dung dịch đánh bóng giống như cao đánh bóng nhưng ở dạng dung dịch hoặc nhũ tương, dùng để thay thế cao đánh bóng. Dung dịch đánh bóng được phun vào phớt đánh bóng qua hệ thống thùng chứa, nguyên liệu tăng áp, thùng chứa nguyên liệu ở vị trí cao hoặc bơm đi vào voi phun. Độ lớn áp suất thùng chứa nguyên liệu hoặc công suất bơm phụ thuộc vào độ nhớt, lượng cung cấp v.v. của dung dịch đánh bóng.

Do dung dịch đánh bóng được cung cấp liên tục vì thế làm giảm sự mài mòn phớt. Bề mặt sản phẩm không đính nhiều thuộc đánh bóng, có thể nâng cao năng suất lao động.

(4) Chọn tốc độ dài phớt đánh bóng

Chọn tốc độ dài phớt đánh bóng thích hợp là nhân tố quan trọng để bảo đảm chất lượng. Thông thường chọn tốc độ dài đánh bóng lớn hơn tốc độ dài mài bóng. Khi chọn tốc độ dài đánh bóng cần căn cứ vào nguyên liệu nền, nguyên liệu mạ và yêu cầu đánh bóng. Khi đánh bóng thô, chọn tốc độ dài tương đối lớn, khi đánh bóng tinh chọn tốc độ dài nhỏ. Chọn tốc độ dài khi đánh bóng xem bảng 1 – 7.

Bảng 1 – 7. Tốc độ dài thích hợp khi đánh bóng các nguyên liệu nền khác nhau

Nguyên liệu nền	Tốc độ dài (m/giây)
Sắt thép hình dáng phức tạp	20 – 25
Sắt thép hình dáng đơn giản	30 – 35
Sắt thép, thép đúc, nikén, crôm	30 – 35
Đồng và hợp kim đồng, bạc	20 – 30
Nhôm, kẽm, thiếc, chì và hợp kim của chúng	18 – 25
Chất dẻo	10 – 15

(5) Những sự cố và phương pháp khắc phục

Những sự cố và phương pháp khắc phục xem bảng 1 – 8.

Bảng 1 – 8. Những sự cố và phương pháp khắc phục khi đánh bóng

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Sau khi đánh bóng, chất lượng bê mặt tẩy axit không tốt.	Trước khi mài bóng không tẩy axit.	Thay đổi công nghệ: trước khi mài bóng phải tẩy lớp oxit sau đó mài bóng.
Sau khi đánh bóng sản phẩm bị mài mòn	1. Áp lực giữa phớt đánh bóng và sản phẩm lớn; 2. Cao đánh bóng tồn tại lâu dài trong phớt đánh bóng, không được tẩy sạch; 3. Chọn cao đánh bóng không đúng. 4. Đường kính phớt đánh bóng lớn.	1. Giảm áp lực giữa phớt đánh bóng và sản phẩm; 2. Cao đánh bóng được mài đi bằng vật cứng, khi đánh bóng cần cho ít cao đánh bóng để bảo đảm phớt đánh bóng mềm; 3. Đánh bóng lớp mạ nikén dùng cao đánh bóng trắng, đánh bóng crôm, thép không gỉ và hợp kim cứng dùng cao đánh bóng xanh; 4. Chọn phớt đánh bóng đường kính nhỏ.
Đánh bóng nikén chất lượng không tốt.	Bề mặt phớt đánh bóng có cao đánh bóng lão hóa.	Thay phớt đánh bóng mới hoặc cao sạch cao đánh bóng đã lão hóa làm phớt đánh bóng mềm, bôi lên cao đánh bóng trắng tiến hành đánh bóng bình thường.

3. Mài bóng và đánh bóng chất dẻo

Bề mặt chất dẻo tương đối nhẵn bóng, không cần phải mài bóng, đánh bóng. Những chi tiết yêu cầu chất lượng cao hoặc cần loại bô bavia, ánh hưởng mỹ quan mới cần đánh bóng. Khi thao tác cần chú ý chất dẻo có độ cứng thấp, chịu nhiệt kém v.v. Lực gia công nhỏ, tốc độ thấp.

Khi đánh bóng dùng cao đánh bóng trắng hoặc dung dịch đánh bóng có hạt nhỏ, mềm. Khi đánh bóng dùng lực nhỏ, tốc độ thấp ($10 - 15$ m/giây), để phòng quá nhiệt.

II. ĐÁNH BÓNG QUAY VÀ ĐÁNH BÓNG RUNG

Đánh bóng quay là công nghệ quay bóng dùng để xử lý bề mặt trước khi mạ những chi tiết nhỏ. Tiến hành quay bóng bằng cách cho những chi tiết nhỏ cần xử lý cùng với hạt mài, nước, chất hóa học (kiềm hoặc axit) vào trong thùng quay chuyên dùng. Trong quá trình quay bóng sinh ra sự mài sát giữa hạt mài và chi tiết, giữa các chi tiết với nhau. do đó có thể tẩy dầu, tẩy gi, loại bô bavia, góc cạnh bị mài tròn làm giảm độ thô bê mặt, thay thế mài bóng và đánh bóng. Hiệu quả quay bóng có quan hệ với

hình dạng, kích thước, tốc độ quay của thùng, hạt mài, tính chất dung dịch, nguyên liệu và hình dáng sản phẩm.

Dánh bóng rung là phương pháp đánh bóng được phát triển trên cơ sở đánh bóng thùng quay. Khi đánh bóng rung, chi tiết được đưa vào thùng dạng ống lò xo hoặc thùng dạng hình bát, nhờ có động cơ rung làm cho thùng rung động trái, phải, lên, xuống, thực hiện việc đánh bóng bằng sự ma sát giữa hạt mài và chi tiết. Chất lượng đánh bóng rung được quyết định bởi tần số rung và biên độ rung.

Hiệu quả đánh bóng rung cao hơn nhiều so với quay bóng, đánh bóng rung có thể gia công những chi tiết có kích thước lớn, có thể kiểm tra chất lượng bề mặt trong quá trình gia công.

1. Hỗn hợp mài

Dánh bóng quay và đánh bóng rung thường gia công ướt. Hỗn hợp mài bao gồm: hạt mài, chất hóa học và nước. Khi gia công chỉ dùng một loại hạt mài.

(1) Hạt mài

Hạt mài có 5 loại như sau:

– **Hạt mài thiên nhiên:** Hạt mài thiên nhiên được dùng nhiều nhất là cacoxyundun (hỗn hợp các ôxit của Al, Fe, Si, Ti v.v.) có độ cứng cao và độ cắt gọt lớn. Ngoài ra, còn có những hạt mài thiên nhiên khác như đá, vôi, cát v.v. Những loại này dễ vỡ, thời gian sử dụng ngắn, dễ bị lở, không được sử dụng nhiều.

– **Hạt mài nung kết:** Thành phần chủ yếu gồm có Al_2O_3 và SiC , độ cắt gọt tốt hơn so với hạt mài thiên nhiên, độ bóng cao.

– **Hạt mài tạo hình:** Hạt mài có kim loại, một loại là hạt mài sứ tạo hình nung kết, loại khác là hạt mài nhựa tạo hình. Hình dạng của chúng là hình tròn, hình tam giác, hình trụ tròn v.v. Mỗi dạng hạt mài có nhiều quy cách to nhỏ khác nhau. So với hạt mài nung kết, hạt mài định kết có độ cứng thấp, chịu mài mòn kém, nhưng có bề mặt bằng phẳng, lượng mài mòn góc cạnh ít.

– **Hạt mài thép:** Hạt mài là những bì thép hoặc sản phẩm tạo hình, khó vỡ, độ bóng cao.

– **Hạt mài động thực vật:** Hạt mài là bì gỗ hoặc sản phẩm tạo hình, vụn vải, vụn da v.v. có thể mài khô hoặc ướt. Công đoạn này là giai đoạn cuối cùng khi đã qua giai đoạn đánh bóng, cũng có thể phối hợp hạt mài với các giai đoạn trước.

(2) Chất hóa học

Chất hóa học là những chất trung tính, axit hoặc kiềm yếu. Khi đánh bóng ướt những chất này có tác dụng như sau:

– Làm sạch bề mặt hạt mài và chi tiết;

– Làm trơn bề mặt hạt mài và chi tiết hạt mài không kết dính;

– Khi chất hóa học có tác dụng thụ động hóa, chi tiết và hạt mài không bị gi.

(3) Chọn hồn hợp mài

a) Chọn hạt mài

Do nguyên liệu, hình dáng và chất lượng độ bóng của sản phẩm mà chọn kích thước, hình dáng và loại hạt mài. Những chi tiết là kim loại dùng hạt mài cứng, những chi tiết deer dùng hồn hợp mài cứng và hạt mài động thực vật. Những chi tiết yêu cầu chất lượng cao dùng hạt mài tròn bóng. Những chi tiết có hình dáng phức tạp dùng một số hồn hợp mài kích thước khác nhau. Những chi tiết có lỗ không dùng hạt mài có kích thước gần với lỗ để phòng bị kín lỗ.

Tỷ lệ giữa hạt mài: Chi tiết (theo thể tích) có tác dụng quan trọng đến chất lượng bề mặt và năng suất lao động. Nếu tỷ lệ thấp, chất lượng đánh bóng bề mặt không tốt, nếu tỷ lệ cao năng suất thấp.

Chon tỷ lệ hạt mài: Chi tiết (theo thể tích) khi đánh bóng rung và đánh bóng quay xem bảng 1 – 9.

**Bảng 1 – 9. Tỷ số thể tích của hạt mài: chi tiết khi đánh bóng rung
và đánh bóng quay**

Nhân tố	Tỷ lệ		
	1	2	3
Nguyên liệu	Sát	Đồng, kẽm	Nhôm
Hình dáng	Đơn giản	Tương đối phức tạp	Phức tạp
Yêu cầu độ bóng	Vết dao, bavia	Tay lợp ôxi hóa, cùn góc	Bóng
Yêu cầu sử dụng chi tiết	Trang trí	Kết cấu	Chiều lực
Yêu cầu chung loại mạ	Bảo vệ	Lắp ráp	Trang trí
Trọng lượng chi tiết (g)	30 – 120	30 – 240	> 240

Xem bảng 1 – 9 tìm được tỷ lệ đơn của các nhân tố như nguyên liệu, hình dáng v.v. sau đó cộng vào được tỷ lệ hạt mài chi tiết theo yêu cầu.

Ví dụ: Chi tiết bằng thép, hình dáng tương đối phức tạp, độ bóng bề mặt cao, mạ lắp ráp, trọng lượng chi tiết là 50g, tra bảng 1 – 9 ta được: $1 + 2 + 2 + 3 + 2 + 1 = 11$. Có nghĩa là tỷ lệ thể tích của hạt mài với chi tiết là 11, nếu có khó khăn thì tăng tỷ lệ này.

Đối với các phương pháp đánh bóng khác cũng chọn tham khảo bảng 1 – 9.

b) Chọn chất hóa học

Chọn chất hóa học không cần chất chè. Những chi tiết sắt thép có gỉ dùng H_2SO_4 20 ml/l và chất hoạt động bề mặt là thích hợp. Những chi tiết bằng đồng và hợp kim đồng có gỉ thì dùng dung dịch H_2SO_4 10 ml/l, KNO_3 hoặc $NaNO_3$ có hàm lượng 1 – 3 g/l cùng với chất hoạt động bề mặt thích hợp. Những chi tiết sắt thép, đồng và hợp kim đồng khác thì dùng dung dịch trung tính hoặc kiềm yếu, có chất hoạt động bề mặt thích hợp.

Những chi tiết là hợp kim kẽm đúc dùng dung dịch axit yếu $NaHSO_4$ 10 – 40 g/l, $Na_2Cr_2O_7$ 8 – 15 g/l, $pH = 1 – 1.6$.

Lượng cho chất hóa học vừa ngập chi tiết và hạt mài làm tiêu chuẩn.

c) So sánh đánh bóng quay và đánh bóng rung

So sánh đánh bóng quay và đánh bóng rung xem bảng 1 – 10.

Bảng 1 – 10: So sánh đánh bóng quay và đánh bóng rung

Phương pháp đánh bóng		Ưu điểm	Khuyết điểm
Đánh bóng quay	Quay bóng thông thường	Giá thành thấp, thiết bị đơn giản, dễ sửa chữa.	Tốc độ chậm, kích thước chi tiết bị hạn chế. Trong quá trình gia công, kiểm tra chi tiết phải ngừng máy.
	Quay bóng ly tâm	Tốc độ nhanh, va chạm giữa các chi tiết nhỏ, có thể gia công chi tiết giòn, chính xác.	Gia công chi tiết nhỏ, giá thành thiết bị cao, không kiểm tra chi tiết trong quá trình gia công.
Đánh bóng rung	Đánh bóng rung dạng ống	Tốc độ gia công nhanh, kích thước chi tiết không hạn chế, có thể kiểm tra chi tiết trong quá trình gia công.	Tốc độ chậm hơn so với đánh bóng tốc độ cao.
	Đánh bóng rung dạng bát	Tốc độ gia công trung bình, bề mặt sạch bóng đẹp hơn so với đánh bóng rung dạng ống, có thể kiểm tra chi tiết trong quá trình gia công.	Tốc độ chậm hơn so với đánh bóng rung dạng ống, kích thước chi tiết bị hạn chế.

2. Quay bóng

(1) Các loại thùng quay

a) Thùng quay hở dạng nghiêng

Thùng quay có nhiều cạnh, nâng lực cắt gọt thấp, dùng để quay bóng nhẹ. Có khi cho mìn cưa hoặc chải hút nước quay cùng với chi tiết, có tác dụng làm khô.

b) Thùng quay kín nằm ngang

Thùng quay có 6 cạnh hoặc 8 cạnh. Cho chi tiết và hỗn hợp mài vào, đậy nắp kín, tiến hành quay bóng. Thùng quay loại này là loại được dùng rộng rãi.

c) Thùng quay ngập nằm ngang

Cấu tạo thùng quay này giống như mìn quay, chỉ khác là không có thanh dẫn điện. Khi quay, chất bẩn, mìn kim loại, lớp ôxít v.v. sẽ thoát ra từ những lỗ trên thùng quay, làm sạch chi tiết, làm giảm lượng nước rửa sau khi quay.

Đường kính của hai loại thùng quay nằm ngang là 300 – 600 mm.

(2) Chọn tham số quay bóng

Tham số quay bóng bao gồm: lượng trọng tải, tốc độ quay và thời gian quay, có thể chọn theo điều kiện sau đây:

a) Lượng trọng tải

Lượng trọng tải của chi tiết chiếm 30% – 75% thể tích thùng quay. Nếu như lượng trọng tải quá cao, khi quay bóng, sự chuyển động của chi tiết với chi tiết và chi tiết với hạt mài nhỏ, tác dụng quay bóng giảm, cần kéo dài thời gian quay bóng. Nếu như lượng trọng tải ít, sự va chạm giữa các chi tiết nghiêm trọng, bể mặt thô.

b) Tốc độ thùng quay

Tốc độ thùng quay tỷ lệ thuận với lượng mài cắt, nhưng tốc độ quay đạt đến giá trị nhất định, thì lượng mài cắt giảm xuống. Tốc độ thùng quay nên không chế trong khoảng 20 – 45 vòng/phút. Tốc độ thấp, lượng mài cắt thấp. Tốc độ quá cao, sự va chạm giữa các chi tiết nghiêm trọng, bể mặt thô.

c) Dung dịch quay bóng

Để đạt được bể mặt bóng, đặc biệt là ở những chỗ lõm, khi quay bóng cho vào những hạt mài. Khi bể mặt chi tiết có ít dấu mờ, có thể cho thêm các chất như Na_2CO_3 , xà phong, bột giặt, chất tẩy rửa kim loại hoặc chất nhũ hóa v.v. Nếu như bể mặt gì có thể cho thêm H_2SO_4 loãng hoặc HCl loãng.

Pha chế dung dịch quay bóng các kim loại khác nhau xem bảng 1 – 11, 1 – 12.

Bảng 1 – 11. Pha chế dung dịch quay bóng các kim loại khác nhau

Thanh phần dung dịch (g/l) và điều kiện công nghệ	Kim loại đèn			Đồng và hợp kim đồng	Kẽm và hợp kim kẽm
	1	2	3		
H_2SiO_4	15 – 25	20 – 40		5 – 10	0,5 – 1
NaOH			20 – 30		
Bồ kết bột	3 – 10		3 – 10	2 – 3	2 – 5
Chất xúc tiến L		2 – 4			
Chất nhũ hóa OP		2 – 4			
Thời gian quay bóng (giờ)	2 – 3	1 – 2	1 – 2	2 – 3	2 – 4

Bảng 1 – 12. Pha chế dung dịch quay bóng các kim loại khác nhau

Thanh phần dung dịch (g/l) và điều kiện công nghệ	Kim loại đèn	Đồng và hợp kim đồng	Kẽm và hợp kim kẽm
H_2SO_4	15 – 25	5 – 10	0,5 – 1
Bồ kết bột	3 – 10	2 – 3	2 – 5
Cát thạch anh	30 – 50	10 – 20	5 – 10
Thời gian quay bóng (giờ)	1 – 3	2 – 3	2 – 4

3. Đánh bóng rung

Hai nhân tố quan trọng đánh bóng rung là tần suất rung và biên độ rung. Tần suất rung thông thường là 20 – 30 Hz, biên độ rung là 3 – 6 mm.

Đánh bóng rung không thích hợp với các chi tiết gia công chính xác và bể mặt nên quá thô.

(1) Máy rung hình ống

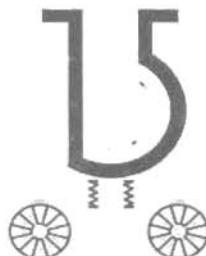
Máy rung hình ống có 3 loại xem hình 1.1.



a) Dạng hình ống chữ U



b) Dạng hình cầu



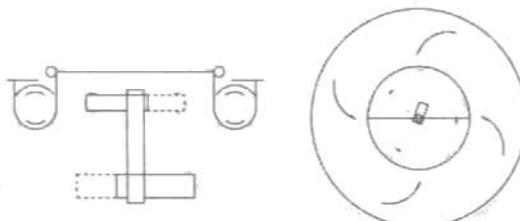
c. Dạng hình cầu thẳng góc

Hình 1.1. Cấu tạo máy rung hình ống

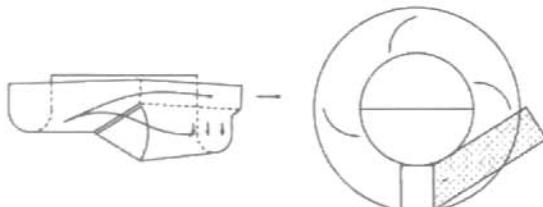
Dạng hình ống chữ U (hình 1.1a) cải tiến thành dạng hình cầu (hình 1.1b) hoặc dạng hình cầu thẳng góc để tránh hiện tượng hối lưu chỉ tiếc trong khi làm việc, hình thành chuyển động đều, hiệu quả đánh bóng tốt hơn.

(2) Máy rung hình bát

Cấu tạo máy rung hình bát xem hình 1.2.



a. Máy rung ở đây có lắp tâm tải trọng lệch tâm



b. Máy rung có máng chứa phôi

Hình 1.2. Cấu tạo máy rung hình bát

Thùng rung được đặt trên lò xo nhờ tấm tài trọng lệch ví trí, lắp trên trục thẳng góc ở giữa thùng mà truyền chuyển động rung cho thùng, làm cho chi tiết và hồn hợp mài trong thùng chuyển động theo hình xoắn ốc. So sánh với máy rung hình ống, tác dụng rung của máy rung hình bát tốt hơn, tạo được bề mặt bóng, nhưng năng suất thấp.

Khi trên thùng lắp thêm máng chứa phôi và lưới sàng (hình 1.2b). Sau một chu kỳ đánh bóng rung, hạt mài chuyển đến máng chứa phôi đưa đến lưới sàng, chi tiết được tách ra khỏi hồn hợp mài.

III. CÁC PHƯƠNG PHÁP GIA CÔNG CƠ KHÍ KHÁC

1. Phun cát

(1) Mục đích phun cát

Phun cát là quá trình xử lý bề mặt khi hạt mài va đập mạnh với chi tiết công dụng của phun cát như sau:

- Loại bỏ lớp ôxi hóa, lớp cát trên bề mặt chi tiết sau khi đúc, rèn hoặc nhiệt luyện;
- Loại bỏ vết gỉ, vết hàn, lớp sơn cũ hoặc vật chất dạng dầu khô trên bề mặt chi tiết;
- Làm thô bề mặt chi tiết để nâng cao độ bám dính của lớp sơn hoặc các lớp khác;
- Loại bỏ bavia, vết mài của chi tiết;
- Phun hoa trên bề mặt thủy tinh hoặc sứ;
- Làm cho bề mặt chi tiết ở trạng thái tiêu quang, phản xạ kém.

Phun cát gồm hai loại: phun cát khô và phun cát ướt. Phun cát khô lên bề mặt thỏa mãn những điều kiện trên. Phun cát ướt gia công những chi tiết chính xác.

Những chi tiết có dầu nhiều cần phải tẩy dầu trước khi phun cát.

(2) Phun cát khô

Hạt mài dùng cho phun cát khô là SiC, Al₂O₃, SiO₂, v.v, sử dụng nhiều nhất là cát thạch anh (SiO₂). Cần cứ vào nguyên liệu, trạng thái bề mặt yêu cầu gia công mà chọn hạt mài có độ hạt khác nhau (Xem bảng 1 – 13).

Bảng 1 – 13. Điều kiện phun cát khô những chi tiết khác nhau

Loại chi tiết	Độ hạt cát SiO ₂ (mm)	Áp suất không khí (Pa)
Sắt thép loại lớn có độ dày trên 3 mm	2.5 – 3.5	0,3 – 0,5
Sắt thép loại trung bình có độ dày 1 – 3 mm	1.0 – 2.0	0.2 – 0.4
Đồng vàng mỏng loại nhỏ	0.5 – 1,0	0.15 – 0.25
Sắt thép độ dày dưới 1 mm	< 0,5	0,1 – 0,15
Hợp kim nhôm	< 0,5	0,1 – 0,15

Phun cát khô có hai loại phun cát áp suất không khí và phun cát cơ khí, mỗi loại phân ra phương thức như thủ công, bán tự động hoặc tự động v.v. Thông thường dùng phương thức phun áp suất không khí thủ công, áp dụng cho các chi tiết nhỏ, trung bình có hình dáng phức tạp.

(3) Phun cát ướt

Hạt mài phun cát ướt cũng giống như phun cát khô, có nước vào hạt mài. Thông thường hạt mài chiếm 20% – 35% (theo thể tích), khuấy đều để không kết tủa, dùng áp suất vòi phun để phun vào chi tiết, cũng có thể cho riêng cát và nước vào trong thùng, với phun chứa hỗn hợp, phun vào chi tiết. Để phòng sát thép bị gỉ, thường cho NaNO₃ vào trong nước. Ngoài ra, cát sử dụng lần sau thường cần khô.

Thiết bị phun cát ướt có nhiều loại, sử dụng nhiều nhất là buồng phun cát ướt.

2. Phun bì

Phun bì cũng giống như phun cát chỉ khác hạt mài cát được thay thế bì kim loại hoặc bì thủy tinh. Phun bì sinh ra ứng lực ép của chi tiết, không có bụi silic làm bẩn.

(1) Các loại bì

– Bì thép đúc: Độ cứng bì thép đúc 40 – 50 HRC. Khi gia công kim loại cũng phải nhiệt luyện để nâng cao độ cứng đến 57 – 62 HRC. Bì thép được dùng rộng rãi, đây bền sử dụng gấp máy lần bì sắt.

– Bì sắt đúc: Độ cứng bì sắt đúc 58 – 65 HRC, giòn, dễ vỡ, tuổi thọ ngắn.

– Bì thủy tinh: Độ cứng bì thủy tinh thấp hơn hai loại trên, dùng chủ yếu cho các nguyên liệu là thép không gỉ, titan, nhôm, magiê, và vật liệu không cho phép nung sét. Cũng có thể gia công lần thứ hai khi phun bì thép, bì sắt để loại bỏ tạp chất sắt, làm giảm độ thô bề mặt chi tiết.

(2) Công nghệ phun

Cường độ phun chịu ảnh hưởng của các nhân tố sau:

a) Độ lớn bì

Bì càng to, nâng lượng và đậm lớn, cường độ phun càng lớn nhưng độ phủ kín giảm. Vì thế cần có cường độ phun thích hợp, kích thước bì càng nhỏ càng có lợi. Thông thường, độ hạt bì là 0,3 – 2 mm.

b) Độ cứng bì

Khi độ cứng của bì lớn hơn độ cứng chi tiết, sự thay đổi độ cứng bì không ảnh hưởng đến cường độ phun. Ngược lại, khi độ cứng bì giảm thấp, cường độ phun giảm.

c) Tốc độ phun bì

Tốc độ phun bì cao, cường độ phun cao, nhưng tốc độ quá cao làm cho lượng bì vỡ càng nhiều.

d) Góc độ phun

Khi phun thẳng góc, cường độ phun cao nhất, vì thế cần tiến hành phun ở trạng thái như vậy. Khi chịu sự hình dáng chi tiết chi phối, phải phun góc nhỏ, cần tăng kích thước bì và tốc độ phun bì.

e) *Lương vỡ bi*

Cường độ phun giám khi bi bị vỡ, vì thế cần loại bỏ bi vỡ, cần đảm bảo bi hoàn chỉnh không thấp hơn 85%. Ngoài ra, bi vỡ có góc sắc gãy xước chi tiết.

Thiết bị gia công phun bi giống như phun cát, chỉ cần thêm một số những thiết bị phụ trợ để không chế nghiêm ngặt quá trình gia công.

3. Chải

Chải là quá trình gia công bề mặt chi tiết bằng bàn chải có gắn sợi kim loại, lông động vật, cao su v.v. Có thể chải khô hoặc chải ướt. Công dụng chải như sau:

- Làm sạch bề mặt: Chải loại bỏ lớp ôxít, lớp sơn, vết hàn hoặc các chất bẩn khác, cũng có thể làm sạch những vết mủn sau khi tẩy.
- Khử bavia: Loại bỏ bavia ở biên góc bề mặt chi tiết, sau khi gia công cơ khí.
- Tạo vân trang trí: Trên bề mặt chi tiết có vân nhỏ mịn theo quy luật, có tác dụng trang trí.

Bàn chải có nhiều loại, tùy theo đặc điểm của bàn chải mà có công dụng khác nhau. Căn cứ vào nguyên liệu, hình dáng chi tiết mà dùng các loại bàn chải. Thông thường, chi tiết vật liệu cứng, chọn bàn chải cứng, ngược lại chọn bàn chải mềm. Nguyên liệu làm bàn chải đa số là dây kim loại: dây thép, dây đồng, dây đồng thau, dây thép không gỉ v.v. Khi cán chải tươi, dùng dây có đường kính 0,05 – 0,1 mm. Khi chải khô dùng dây đường kính 0,3 – 0,6 mm. Tốc độ quay của bàn chải có thể thay đổi từ 450 – 1800 vòng/phút.

Chương 2

TẨY DẦU

Trên bề mặt chí tiết mạ, thường có các loại dầu mỡ bôi chông gi hoặc thuốc đánh bóng dính vào. Dầu chia làm hai loại, dầu mỡ động vật và thực vật có thể xà phòng hóa, dầu mỡ không thể xà phòng hóa như dầu mỏ, dầu máy, dầu diezen, vadolin, parapin v.v. Phương pháp tẩy dầu thường dùng: tẩy dầu dung môi hữu cơ, tẩy dầu hóa học, tẩy dầu điện hóa, tẩy dầu trong thùng quay, tẩy dầu thủ công.

Đặc điểm của phương pháp tẩy dầu xem bảng 2 – 1.

Bảng 2 – 1. Đặc điểm các phương pháp tẩy dầu

Phương pháp tẩy dầu	Đặc điểm	Phạm vi ứng dụng
Tẩy dầu dung môi hữu cơ	Dầu mỡ xà phòng hóa và không xà phòng hóa có thể hòa tan, không ăn mòn chí tiết. Tẩy dầu nhanh nhưng không triệt để, cần phải tẩy dầu bô sung hóa học hoặc điện hóa. Dung môi dễ cháy độc, giá thành cao.	Chiết tiết nhỏ có hình dáng phức tạp, chí tiết kim loại màu có nhiều dầu, chí tiết bị kiềm ăn mòn cần tẩy sơ bộ.
Tẩy dầu hóa học	Phương pháp thuận tiện, thiết bị đơn giản thời gian tẩy dầu dài.	Tẩy dầu chi tiết thông thường.
Tẩy dầu điện hóa	Hiệu suất tẩy dầu cao, tẩy dầu sạch, tẩy dầu cát lít dễ thẩm hydro, khó tẩy dầu trong lỗ, cần nguồn điện một chiều.	Tẩy dầu chi tiết thông thường hoặc tẩy dầu anot.
Tẩy dầu thủ công	Thao tác thuận lợi, không hạn chế kích thước chí tiết, cường độ lao động cao, năng suất thấp.	Những chí tiết lớn, trung bình và những chí tiết tay dầu hàng phương pháp khác không thích hợp.
Tẩy dầu quay	Hiệu suất cao, chất lượng tốt, không thích hợp chí tiết lớn, dễ biến hình.	Những chí tiết nhỏ, độ chính xác không cao.
Tẩy dầu siêu âm	Ăn mòn ít, hiệu suất cao, làm sạch tốt. Tẩy dầu triệt để những chí tiết phức tạp, có lỗ, góc biến v.v	Tẩy dầu những chí tiết phức tạp.

I. TẨY DẦU DUNG MÔI HỮU CƠ

Dung môi hữu cơ thường dùng là xăng, dầu hỏa, axeton, xilen, tricloetylen v.v. Dung môi dầu hỏa, xăng, loại axeton v.v. không ăn mòn kim loại, nhưng dễ cháy, ngâm tẩy hoặc xoa tẩy ở nhiệt độ thường. Tricloetylen, tetraclorua cacbon, cần có thiết bị kín và hút độc vì những dung môi trên rất độc.

1. Phương pháp tẩy dầu dung môi hữu cơ thường dùng

(1) Phương pháp ngâm

Chi tiết được ngâm vào trong dung môi hữu cơ, làm cho dầu hòa tan và mang đi những chất bẩn không hòa tan. Tất cả các dung môi hữu cơ đều là những chất tẩy dầu.

(2) Phương pháp phun

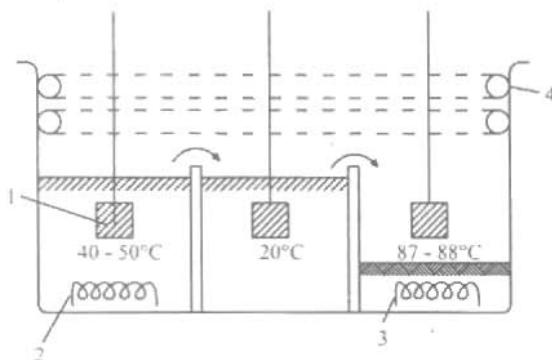
Dung môi hữu cơ được phun lên bề mặt chi tiết, làm cho dầu bị hòa tan, phun nhiều lần, cho đến khi tẩy sạch hết dầu. Ngoài những dung môi điểm sôi thấp, còn tất cả đều có thể dùng để tẩy dầu phun. Tẩy dầu phun tốt nhất tiến hành trong buồng kín.

(3) Phương pháp bay hơi

Dung môi hữu cơ được đặt ở phía dưới thùng kín, chi tiết được treo trên bề mặt dung môi, gia nhiệt dung môi hữu cơ, làm cho hơi sinh ra ngưng đọng thành chất lỏng trên bề mặt chi tiết và rơi xuống đáy thùng.

(4) Phương pháp liên hợp

Thiết bị tẩy dầu chuyên dùng tricloetylen, dung môi có thể sử dụng tuần hoàn tái sinh. Thiết bị gồm ba thùng (hình 3.1).



Hình 3 – 1. Thiết bị tẩy dầu dung môi ba bể

1. Chi tiết; 2-3. Thiết bị gia nhiệt; 4. Ống nước lạnh

Thùng thứ nhất ngâm gia nhiệt, hòa tan phần lớn dầu. Thùng thứ hai sạch, tẩy đi chất bẩn hoặc dầu mỡ còn lại ở thùng thứ nhất. Cuối cùng tẩy dầu bay hơi trong thùng thứ ba. Cũng có thể dán sóng siêu âm vào phía dưới đáy thùng ngâm, để làm tăng hiệu quả tẩy dầu, có thể tẩy được thuốc đánh bóng dính vào chi tiết. Cũng có thể đặt thêm thiết bị phun, làm sạch bụi, hạt bẩn v.v. bám vào chi tiết.

2. Những chú ý khi tẩy dung môi hữu cơ

- Dung môi hữu cơ bay hơi rất độc, đặc biệt là triclotri etylen, nên không được để khí lọt ra, có biện pháp an toàn phòng chống cháy, nổ, thông gió.
 - Lượng chất bẩn trong môi hữu cơ chiếm 25% – 30% (thể tích), phải thay thế dung môi mới, để tránh làm bẩn chi tiết.
 - Tricloetylen bị phân hủy bởi tia tử ngoại, tạo thành chất ăn mòn mạnh, rất độc.

Vì thế không mang nước vào trong thùng, tránh bị chiếu sáng bởi ánh sáng mặt trời. Những chi tiết bằng nhôm, magiê không dùng triclotri etylen để tẩy dầu.

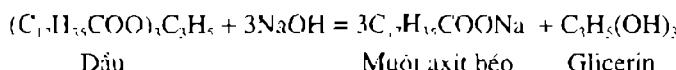
II. TÀY DẦU HÓA HỌC

Tẩy dầu hoa học là quá trình tác dụng xà phòng hóa và nhũ hóa của dung dịch kiềm nóng đối với dầu, để tẩy lớp dầu mỡ. Tác dụng nhũ hóa của chất hoạt động bề mặt để tẩy lớp dầu mỡ không thể xà phòng hóa.

1. Tác dụng xà phòng và nhũ hóa

(1) Tác dụng của xà phòng hóa

Những dầu mỡ động, thực vật trong dung dịch kiềm nóng, bị xà phòng hóa thành glicerin và muối axit béo dễ tan trong nước. Do đó, dầu mỡ bị tẩy đi như phản ứng sau:



(2) Tác dụng chất nhũ hóa

Dầu không thể xà phòng hóa, có thể dùng chất nhũ hóa để tẩy dì, mang dầu ngâm vào trong kiềm bị vỡ ra, tạo ra những giọt dầu không liên tục, bám trên bề mặt chi tiết. Khi tẩy dầu, chất nhũ hóa hấp phụ trên bề mặt mỗi giọt giữa dầu và nước, làm giảm sự kết hợp của những giọt dầu với chi tiết, làm cho những giọt dầu này đi vào dung dịch, đồng thời chất nhũ hóa hấp phụ trên bề mặt những giọt dầu đó không làm cho những giọt này tập trung bám vào chi tiết nữa. Tăng nhiệt và khuấy đều làm tăng tốc độ của những giọt dầu đi vào dung dịch, tăng nhanh tốc độ và hiệu quả tẩy dầu. Có một số chất hoạt động bề mặt, ví dụ như OP – 10, rất khó rửa sạch trên bề mặt chi tiết, có khả năng ảnh hưởng đến chất lượng lớp mạ. Vì thế, khi sử dụng chất nhũ hóa, phải tăng cường rửa sạch.

2. Tác dụng các thành phần chất tẩy hóa học

(1) NaOH

NaOH tác dụng với dầu động, thực vật tạo thành phản ứng xà phòng hóa, nồng độ cao hàm lượng kiềm, có thể tăng cường xà phòng hóa và nhũ hóa. Nhưng nếu hàm lượng kiềm quá cao, độ hòa tan xà phòng của phản ứng xà phòng hóa khó khăn dẫn đến không có lợi cho việc tẩy dầu, đồng thời làm ôxi hóa bề mặt sắt thép, gây ăn mòn nghiêm trọng kim loại màu. Vì thế, khi tẩy dầu hóa học đồng và hợp kim đồng, hàm lượng NaOH cần thấp còn tẩy dầu nhôm, kẽm, magiê, thiếc và hợp kim của chúng thì không cho NaOH.

(2) Na_2CO_3

Na_2CO_3 có tác dụng xà phòng hóa nhai định và có tác dụng đậm trong dung dịch tẩy dầu, có thể khống chế độ pH trong phản vi nhai định (giá trị pH thích hợp của phản ứng xà phòng hóa là 8,5 – 10,2). Na_2CO_3 là thành phần chủ yếu trong dung dịch tẩy dầu nhôm, magiê, kẽm, thiếc v.v. và hợp kim của chúng.

(3) Na_3PO_4

Na_3PO_4 có tính kiềm yếu, có tác dụng xà phòng hóa, nhũ hóa và tác dụng đậm. Na_3PO_4 có độ hòa tan tốt, tẩy rửa sạch, có thể rửa nước thủy tinh bám trên bề mặt.

(4) $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$

$\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ là dung dịch đậm tốt, có tác dụng hoạt động bề mặt nhai định, tẩy rửa sạch, đe phồng sinh ra màng xà phòng cứng không hòa tan, bám trên bề mặt.

(5) Na_2SiO_3

Na_2SiO_3 có tính kiềm yếu, có tác dụng nhũ hóa và xà phòng hóa nhai định, là chất thấm ướt, chất nhũ hóa, chất phân tán tốt trong dung dịch kiềm. Na_2SiO_3 là chất có tác dụng làm chậm ăn mòn kim loại màu như nhôm, magiê, kẽm v.v. Hạn chế của nó là bám trên bề mặt chi tiết, khó rửa sạch, cho nên cần cho vào dung dịch tẩy dầu với hàm lượng nhỏ và phối hợp sử dụng với Na_3PO_4 .

(6) Chất nhũ hóa

Chất nhũ hóa là chất hoạt động bề mặt có tác dụng nhũ hóa trong quá trình tẩy dầu. Hiệu quả tẩy dầu tốt, nhưng phải tăng cường rửa.

3. Công nghệ tẩy dầu

(1) Tẩy dầu tính kiềm

Công nghệ tẩy dầu tính kiềm xem bảng 2 – 2, bảng 2 – 3, bảng 2 – 4.

Bảng 2 – 2. Pha chế và công nghệ tẩy dầu hóa học sắt thép, đồng và hợp kim đồng

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	Sắt thép			Đồng và hợp kim đồng				
	1	2	3	4	5	6	7	8
NaOH	10 – 15	30 – 40		20 – 30	50 – 100	10 – 15		
Na_2CO_3	20 – 30	20 – 30		30 – 40	20 – 40	20 – 30		10 – 20
$\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	50 – 70	40 – 60	70 – 100	30 – 40	30 – 40	50 – 70	70 – 100	10 – 20
Na_2SiO_3	5 – 10	5 – 10	5 – 10		5 – 15	5 – 10	5 – 10	5 – 10
Chất nhũ hóa OP		1 – 3	1 – 3				1 – 3	1 – 3
Chất tẩy Hai au				2 – 4				
Nhiệt độ (°C)	80 – 90	80 – 90	80 – 90	80 – 90	80 – 95	70 – 80	70 – 80	70

Bảng 2 – 3. Pha chế và công nghệ tẩy dầu hóa học nhôm và hợp kim nhôm

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	Nhôm và hợp kim nhôm					
	1	2	3	4	5	6
Na ₂ CO ₃	40 – 50	15 – 20	15 – 20			15 – 20
Na ₃ PO ₄ ·12H ₂ O	40 – 50			40	10 – 30	20 – 30
NaHCO ₃		5 – 10				
Na ₄ P ₂ O ₁₀ ·10H ₂ O		10 – 15	10 – 15		1	
Na ₂ SiO ₃	20 – 30	10 – 20	10 – 20	10 – 15	3 – 5	10 – 15
Chất nhũ hóa OP			1 – 3		2 – 3	1 – 3
pH		10				10
Nhiệt độ (°C)	70	40 – 70	60 – 80	65 – 85	50 – 60	60 – 80

**Bảng 2 – 4. Pha chế và công nghệ tẩy dầu hóa kẽm, magiê, thiếc
và hợp kim của chúng**

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	Kẽm và hợp kim kẽm			Magiê và hợp kim magiê	Thiếc và hợp kim thiếc	
	1	2	3		4	5
NaOH					2,5 – 3	
Na ₂ CO ₃	15 – 30	20 – 25	10 – 20	10 – 20	25 – 30	
Na ₃ PO ₄ ·12H ₂ O	15 – 30		10 – 20	10 – 20		
Na ₂ SiO ₃	10 – 20	20 – 25	10 – 20	10 – 20		20 – 30
Chất nhũ hóa OP			1 – 3		2 – 3	2 – 3
pH		10				10
Nhiệt độ (°C)	60 – 80	40 – 70	50 – 60	60 – 80	80 – 90	70 – 80

(2) Tẩy dầu axit

Tẩy dầu axit có thể đồng thời tẩy dầu và lớp ôxít mỏng trên bề mặt chi tiết. Nó được tạo thành bởi hồn hợp axit vô cơ hoặc hữu cơ và chất hoạt động bề mặt.

Ví dụ: Hỗn hợp H₂SO₄ (1,84): 100 ml/l, chất nhũ hóa OP 25 g/l dùng để tẩy đồng và hợp kim đồng. Hỗn hợp H₂SO₄ (1,84 : 150 – 200 ml/l, chất nhũ hóa OP 5 – 10 g/l, Thioure 5 g/l dùng để tẩy dầu cho sắt thép. Hỗn hợp K₂Cr₂O₇: 15 g/l, H₂SO₄ (1,84) 300 ml/l, H₂O: 20 ml/l dùng để tẩy dầu cho chất dẻo.

III. TẨY DẦU ĐIỆN HÓA

1. Đặc điểm tẩy dầu điện hóa

Tẩy dầu điện hóa gồm có tẩy dầu catôt, tẩy dầu anôt, tẩy dầu phôi hợp anôt, catôt. Đặc điểm của phương pháp tẩy dầu điện hóa xem bảng 2 – 5.

2. Thành phần dung dịch và chế độ làm việc

Thành phần dung dịch tẩy dầu điện hóa giống như thành phần dung dịch tẩy dầu hóa học, chỉ khác là loãng một chút và không sử dụng chất hoạt động bề mặt có bọt.

Khi tẩy dầu điện phân, nâng cao nhiệt độ dung dịch, làm tăng độ dẫn điện dung dịch, nâng cao hiệu suất tẩy dầu. Nâng cao mật độ dòng điện, làm cho hydro thoát ra mạnh, làm tăng quá trình tẩy dầu, mật độ dòng điện thường dùng: $10 - 15 \text{ A/dm}^2$, nhiệt độ $60 - 70^\circ\text{C}$.

Thành phần dung dịch và chế độ làm việc tẩy dầu điện phân xem bảng 2 – 6.

Bảng 2 – 5. Đặc điểm của phương pháp tẩy dầu điện hóa

Phương pháp tẩy dầu	Đặc điểm	Phạm vi ứng dụng
Tẩy dầu catôt	Thể tích khí H_2 thoát ra trên catôt lớn gấp đôi thể tích O_2 thoát ra trên anôt. Vì thế, tẩy dầu catôt hiệu suất cao hơn so với anôt, kim loại không ăn mòn, nhưng dễ thâm H_2 . Tạp chất kim loại dễ bám vào bề mặt chi tiết, ảnh hưởng đến độ bám chắc.	Thích hợp tẩy kim loại màu như nhôm kẽm, thiếc, chì, đồng và hợp kim của chúng.
Tẩy dầu anôt	Kim loại màu không bị giòn hydro, có thể tẩy sạch mùn và màng mỏng kim loại như kẽm, thiếc, chì, crôm v.v. bám trên bề mặt. Hiệu suất tẩy dầu anôt thấp, ăn mòn kim loại màu.	Thép cacbon có độ cứng cao, chí tiết dày hỏi như lò xo, vòng đệm, đan hỏi v.v. dùng phương pháp tẩy dầu anôt. Nhôm, kẽm và hợp kim của chúng, không dùng phương pháp này.
Tẩy dầu phức hợp anôt, catôt	Tẩy dầu phức hợp anôt, catôt, phát huy ưu điểm từng loại là phương pháp tẩy dầu có hiệu quả nhất. Cần cứ vào nguyên liệu, có thể chọn dầu nền tẩy dầu catôt sau đó tẩy dầu anôt thời gian ngắn hoặc dầu nền tẩy dầu anôt, sau đó tẩy dầu catôt thời gian ngắn.	Tẩy dầu sắt thép, không có yêu cầu đặc biệt.

2. Thành phần dung dịch và chế độ làm việc

Thành phần dung dịch tẩy dầu điện hóa giống như thành phần dung dịch tẩy dầu hóa học, chỉ khác là loãng một chút và không sử dụng chất hoạt động bề mặt có bọt.

Khi tẩy dầu điện phân, nâng cao nhiệt độ dung dịch, làm tăng độ dẫn điện dung dịch, nâng cao hiệu suất tẩy dầu. Nâng cao mật độ dòng điện, làm cho hydro thoát ra mạnh, làm tăng quá trình tẩy dầu, mật độ dòng điện thường dùng: 10 – 15 A/dm², nhiệt độ 60 – 70 °C.

Thanh phần dung dịch và chế độ làm việc tẩy dầu điện phân xem bảng 2 – 6.

Bảng 2 – 6. Thành phần dung dịch và chế độ làm việc tẩy dầu điện phân

<i>Thành phần (g/l) và chế độ làm việc</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
NaOH	40 – 60	10 – 20		
Na ₂ CO ₃	60	20 – 30	20 – 40	25 – 30
Na ₃ PO ₄ ·12H ₂ O	15 – 30	20 – 30	20 – 40	25 – 30
Na ₂ SiO ₃	3 – 5		3 – 5	
Nhiệt độ (°C)	70 – 80	70 – 80	70 – 80	70 – 80
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	2 – 5	5 – 10	2 – 5	2 – 5
Thời gian tẩy dầu catôt (phút)		5 – 10	1 – 3	1 – 3
Thời gian tẩy dầu anôt (phút)	5 – 10			

Chú ý: – Pha chế 1 dùng để tẩy sắt thép thông thường và chi tiết chịu lực cường độ cao.

- Pha chế 2 dùng để tẩy chi tiết không chịu lực hình dáng phức tạp
- Pha chế 3 và 4 dùng để tẩy chi tiết đồng nhôm, magiê, kẽm và hợp kim của chúng.

3. Những chú ý khi tẩy dầu điện hóa

– Chất nhũ hóa có khả năng tạo bọt mạnh, nếu trong dung dịch có chất nhũ hóa, trên bề mặt dung dịch có lượng lớn bọt hơi phủ kín hợp khí hydro, ôxi, khi tiếp xúc với lửa lửa sinh ra khi điện cực tiếp xúc không tốt, sẽ gây cháy, nổ. Vì vậy, khi bề mặt có nhiều bọt khí, cần phải cắt nguồn điện, sau đó mới lấy ra hoặc cho vào chi tiết để tránh cháy, nổ.

– Sau khi chi tiết tẩy dầu xong, trên bề mặt còn lưu lại dung dịch kiềm cùng với dầu mỡ bị xà phòng hóa, nhũ hóa. Sau khi rửa nước lạnh, những chất này còn đóng lại trên bề mặt chi tiết, vì vậy cần phải rửa nước nóng trên 80°C mới có thể rửa sạch chất bẩn, bảo đảm chất lượng sản phẩm.

IV. NHỮNG PHƯƠNG PHÁP TẨY DẦU KHÁC

1. Tẩy dầu thủ công và tẩy dầu trong thùng quay

a) Tẩy dầu thủ công

Tiến hành từng loạt nhỏ cho những chi tiết không tẩy dầu hóa học và tẩy dầu điện phân được.

Ví dụ: Những chi tiết lớn, những chi tiết mạ crôm, dùng bàn chải, giẻ, vải màn thấm dung dịch nước vôi, magie ôxít, bột giặt hoặc chất tẩy rửa kim loại để lau. Ưu điểm của tẩy dầu thủ công là thuận lợi, đơn giản, linh hoạt, chi tiết vẫn đảm bảo bóng không bị ăn mòn.

b) Tẩy dầu trong thùng quay

Là phương pháp cơ khí tay dầu có thể cho vào thùng quay những hạt mài thích hợp và dung dịch tẩy dầu để tẩy dầu. Tốc độ quay 60 – 100 vòng/phút. Tẩy dầu trong thùng quay dùng để tẩy những chi tiết nhỏ, số lượng nhiều, trọng lượng nhẹ, nhưng không thích hợp với những chi tiết mỏng dễ biến hình.

2. Tẩy dầu siêu âm

Tẩy dầu siêu âm là phương pháp dùng sóng siêu âm sinh ra rất nhiều bọt khí trong dung dịch tẩy dầu. Những bọt khí sinh ra, lớn lên khuấy động không khí mạnh làm cho dầu mờ bám trên bề mặt chi tiết được tách ra. Do đó, tẩy rửa sẽ nhanh hơn và sạch hơn rất nhiều.

Sóng siêu âm có thể áp dụng cho tẩy dầu dung môi, tẩy dầu hóa học, tẩy dầu điện hóa, tẩy axit v.v. Phương pháp này có hiệu quả cao để tẩy dầu, tẩy gỉ. Nhiệt độ và nồng độ tẩy dầu siêu âm đều thấp hơn tẩy dầu thông thường tương ứng. Bởi vì, nhiệt độ và nồng độ cao đều cản trở truyền sóng siêu âm, làm giảm khả năng tẩy dầu. Dung sóng siêu âm tẩy dầu ở nhiệt độ và nồng độ thấp, tiết kiệm năng lượng, nguyên liệu, bảo vệ kim loại khỏi ăn mòn, chống sự thâm hydro khi tẩy dầu catôt. Nhưng không phải sử dụng dung dịch loãng mà phải dùng dung dịch có thành phần và tỷ lệ pha chế thích hợp, chọn tần số và cường độ sóng siêu âm thích hợp.

Dùng sóng siêu âm để tẩy những chi tiết phức tạp có lỗ, ren, có yêu cầu kỹ thuật cao v.v. Những chi tiết nhỏ phức tạp, dùng sóng siêu âm có tần số cao. Chi tiết có bề mặt lớn, dùng sóng siêu âm có tần số thấp (15 – 30 kHz).

Chương 3

TẨY GI

Tẩy gi là quá trình xử lý khi cho chi tiết vào trong dung dịch axit và chất làm chậm để hòa tan lớp ôxít trên bề mặt kim loại. loại bỏ những điểm gi, lớp ôxít, màng thụ động hóa v.v. làm lộ bề mặt kim loại nền. Theo tính chất, phân làm 2 loại: tẩy gi điện hóa và tẩy gi hóa học. Theo công dụng, phân làm 4 loại: tẩy gi thông thường, tẩy gi mạnh, tẩy gi bóng và tẩy nhẹ.

1. Tẩy gi thông thường

Có thể tẩy được lớp ôxít và lớp gi trên bề mặt kim loại.

2. Tẩy gi mạnh

Khi tẩy gi thông thường không đạt được mục đích, cần phải dùng dung dịch nồng độ cao, ở nhiệt độ nhất định để tẩy đi lớp ôxít và gi tương đối dày.

3. Tẩy gi bóng

Hòa tan lớp màng ôxít mỏng trên bề mặt kim loại, loại bỏ mùn, nâng cao độ bóng chi tiết. Dung dịch đánh bóng hóa học cũng là dung dịch tẩy gi bóng.

4. Tẩy nhẹ

Chi tiết kim loại sau khi tẩy gi thông thường và tẩy gi mạnh, trước khi đi vào bể ma cần phải tẩy nhẹ để hòa tan lớp màng thụ động hóa, hoạt hóa bề mặt làm cho lớp mạ gắn chắc với kim loại nền.

I. CHẤT TẨY GI THÔNG THƯỜNG

1. H_2SO_4

Ở nhiệt độ thường, sự hòa tan lớp ôxít kim loại trong dung dịch H_2SO_4 yếu. Khi nồng độ H_2SO_4 trên 40%, khả năng hòa tan lớp ôxít giảm đi rõ rệt. Khi nồng độ lớn hơn 60%, lớp ôxít hầu như không hòa tan. Khả năng ăn mòn sát thép nền của H_2SO_4 nồng mạnh bóc đi lớp ôxít dày. Nhưng nhiệt độ quá cao sẽ gây ăn mòn kim loại nền, gây giàn hydro, vì thế chỉ gia nhiệt ở nhiệt độ 50 – 60°C, không vượt quá 75°C, đồng thời cho thêm chất làm chậm. Chi tiết là sắt thép tẩy ở nồng độ H_2SO_4 10 – 20% (thể tích), nhiệt độ 40°C. Khi nồng độ $FeSO_4$ đạt đến 215 g/l (hàm lượng Fe vượt quá 80 g/l) phải thay thế dung dịch mới.

Dung dịch H_2SO_4 dùng để tẩy sắt thép, đồng và hợp kim đồng. Hỗn hợp H_2SO_4 và HNO_3 nâng cao độ bóng và làm giảm tốc độ ăn mòn của HNO_3 , với nền đồng, nền sắt.

2. HCl

Ở nhiệt độ thường, sự hòa tan lớp ôxít kim loại trong dung dịch HCl mạnh nhưng hòa tan lớp kim loại nền yếu. Tẩy trong HCl gây ít ăn mòn kim loại nền và giảm giòn hydro. Ở nhiệt độ thường, dung dịch HCl tẩy được nhiều kim loại. Khi nồng độ và nhiệt độ thích hợp tốc độ ăn mòn trong dung dịch HCl cao gấp 1,5 – 2 lần trong dung dịch H_2SO_4 .

HCl bay hơi rất mạnh, vì vậy để ăn mòn thiết bị, gây ô nhiễm môi trường nên khi tẩy trong HCl phải có thiết bị hút độc tố.

3. HNO_3

HNO_3 là thành phần quan trọng trong dung dịch ăn mòn bóng. Hỗn hợp HNO_3 và HF để tẩy lớp ôxít trên chì, thép không gỉ, hợp kim nền niken, nền sắt, nền coban v.v. Hỗn hợp HNO_3 và H_2SO_4 tẩy bóng đồng và hợp kim đồng.

4. H_3PO_4

H_3PO_4 có tác dụng ăn mòn kém, vì vậy để tăng cường ăn mòn, cần phải tăng nhiệt. H_3PO_4 dùng để tẩy giõi hàn, cấu kiện trước khi sơn. Hỗn hợp của H_3PO_4 với HNO_3 , H_2SO_4 , CH_3COOH hoặc CrO_3 với tỷ lệ nhất định dùng để tẩy bóng nhôm, đồng, sắt, thép v.v.

5. Chất làm chậm

Dung dịch tẩy gì cho thêm chất làm chậm có thể phòng ngừa kim loại nền bị ăn mòn nhiều, tránh hiện tượng giòn hydro. Tuy nhiên, chất làm chậm tạo màng mỏng trên bề mặt, vì vậy phải rửa sạch nếu không độ hám chắc không tốt.

Chất làm chậm thường là chất hữu cơ, đa số là hợp chất hữu cơ có nitơ hoặc lưu huỳnh trong thành phần cấu tạo, ví dụ như thioure, uropropin v.v.

II. TẨY GIỚI KIM LOẠI

1. Tẩy giõi sắt thép

Tẩy lớp ôxít trên bề mặt sắt thép có hai kim loại tẩy mạnh và tẩy nhẹ. Thành phần và chế độ công nghệ dung dịch tẩy mạnh xem bảng 3 – 1, 3 – 2, 3 – 3.

2. Tẩy nhôm và hợp kim nhôm

Nhôm là kim loại lưỡng tính, có thể tiến hành tẩy trong dung dịch axit và kiềm. Khi tẩy trong dung dịch kiềm hoàn thành hai công nghệ tẩy dầu và tẩy lớp ôxít. Nếu tẩy trong dung dịch axit, cần phải tẩy dầu triệt để. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ xem bảng 3 – 4.

Bảng 3 - 1. Thành phần dung dịch và điều kiện công nghệ dùng dịch tẩy sét thép

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ làm việc	Tẩy gỉ thường				Tẩy gỉ không kim			
	Thép cát, thép dập có cát hoặc trang bị thép chịu lực, lò xo có lớp đan	Thép có lớp oxit	Thép cuộn thép vít lớp oxit	Thép có lớp oxit dày qua phieu hàn	Thép có lớp oxit dày qua phieu hàn	Thép đặc (Thép đặc)	Tẩy bùn	Tẩy
H_2SO_4 (1,84)	120 – 150	2	3	4	5	6	7	8
HCl (1,19)	150 – 360	150 – 200	IV (Thép)	100 – 250	100 – 220	360	7,5 V (Thép đặc)	230
HNO_3 (1,41)					100 – 200	570		
HF							2,5 V (Thép đặc)	270
Diu sunfat hóa (mM)								10
Chai làm chậm	0,3 – 0,5							
$(CH_3)_3N_3$					0,3 – 0,4	0,3 – 0,5		
H_2O					1 – 6	8V (Thép)		
Nhiệt độ(°C)	15 – 30	50 – 70	Thường	30 – 40	Thường	50 – 70	Thường	30 – 40
Thời gian (phút)	≤ 60	1 – 5			< 60	5 – 20		1 – 0,1
								3 – 10

Bảng 3 – 2. Thành phần và chế độ công nghệ tay thép chịu nhiệt và thép không gỉ

Bảng 3 – 3. Thành phần và chế độ công nghệ tẩy giật điện hóa sắt thép

<i>Thành phần (g/l), chế độ</i>	<i>Tẩy anode</i>	<i>Tẩy катот</i>			<i>Tẩy xoay chiều</i>		
H ₂ SO ₄	1	2	3	4	5	6	7
FeSO ₄	150 – 250	10 – 20			100 – 150	40 – 50	120 – 150
HCl	230 – 380						
NaCl	30 – 50	50 – 60				25 – 30	30 – 50
FeCl ₃			75	70 – 80		20 – 22	
CuCl ₂			50	40 – 60			
HF	0,15 – 0,3						
Nhiệt độ (°C)	30 – 40	20 – 30	20 – 60	25 – 35	25 – 35	40 – 50	60 – 70
Mật độ dòng điện anode (A/dm ²)	5 – 10	2 – 5	5 – 10	20 – 30	20 – 30	7 – 10	7 – 10
Thời gian (phút)	1 – 10	10 – 20			10 – 30	10 – 15	10 – 15
Nguyên liệu diện cực	Cátot là thép hoặc chì hợp kim chì – antimon			Anode là chì hoặc hợp kim chì – antimon			

Bảng 3 – 4. Thành phần và chế độ công nghệ tẩy nhôm và hợp kim nhôm

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	Tẩy thông thường				Tẩy nhẹ	
	Nhôm tinh khiết hoặc nhôm hợp kim có hàm lượng cao magiê cao	Nhôm hợp kim có hương magiê cao	4	5	6	7
H ₂ SO ₄ (1,84)	1	2	3	350		
HNO ₃ (1,41)	50%	10 – 30%		400 – 800	75%	
HCl						3 – 5%
HF		1 – 3%			25%	
CrO ₃			65			
NaOH		50 – 200				
H ₂ O	50%	89 – 67%			q ₃ – q ₅ %	q ₃ – q ₅ %
Nhiệt độ (°C)		Thường	60 – 80	60 – 70	Thường	Thường
Thời gian (phút)	0,1 – 0,3	0,1 – 2	0,5 – 2	3 – 5	0,1 – 0,5	0,5 – 1

Bảng 3 – 5. Thành phần và chế độ công nghệ tẩy kẽm và hợp kim kẽm

Thành phần (g/l) và chế độ làm việc	Tẩy bóng				Tẩy nhε	
	1	2	3	4	5	6
H ₂ SO ₄ (1,84)	2 – 4					0,25 – 1%
HNO ₃ (1,41)				10 – 20		
CrO ₃	100 – 150		240 – 260		200 – 300	
HCl (ml/l)			94			
Na ₂ SO ₄					15 – 30	
NaOH		100 – 200				5 – 10%
Nhiệt độ (°C)	Thường	Thường	Thường			
Thời gian (phút)	0,5 – 1	0,1 – 1	1	< 1		

Bảng 3 – 6. Thành phần và ché độ tẩy đóng và hợp kim đồng

Thành phần dung dịch(g/l) và chè đỗ công nghệ	Tay giội				Đóng và luop kim đồng thông thường				Tay hàn			
	Cu – Be, Cu	Cu – Be, Cu	Cu – Sn	Cu – Zn	Cu, Cu – Be	Cu, Cu – Sn	Cu – Zn	Cu – Zn – Ni	Cu, Cu – Be	Cu, Cu – Sn	Cu – Zn	Tay nhạt
H ₂ SO ₄ (1.84)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
HNO ₃ (1.41)	500	150 – 250	200 – 300	500	900	50%	600 – 800		10 – 20	100		5 – 10%
HNO ₃ (1.41)	200 – 250	600 – 1000	100 – 120	250 – 800		25 – 30%	300 – 400	10 – 15%				
HCl(1.19)	Rất nhão			3 – 5		0.3 – 0.5%						
K ₂ Cr ₂ O ₇												
FeSO ₄	100											
NH ₄ NO ₃					1(X)							
NaCl					0.5 – 1			3 – 5				
H ₃ PO ₄										50 – 60%		
CH ₃ COOH										25 – 40%		
CrO ₃										100 – 200		
H ₂ O												
Nhiệt độ (°C)	20 – 30	40 – 60	80 – 100	Thường	< 30	Thường	Còn lại					
Thời gian(giây)	3 – 5							< 45	20 – 60	Thường	Thường	Thường

3. Tẩy kẽm và hợp kim kẽm

Thành phần và chế độ làm việc xem bảng 3 – 5.

4. Tẩy đồng và hợp kim đồng

Tốc độ hòa tan của các thành phần trong hợp kim đồng trong các dung dịch axit khác nhau thì khác nhau. Vì vậy, trước khi tẩy đồng phải tìm hiểu thành phần hợp kim, căn cứ vào thành phần hợp kim để chọn tỷ lệ pha chè các thành phần dung dịch tẩy. Tẩy nhẹ đồng và hợp kim đồng để hoạt hóa bê mài trước khi mạ, nâng cao độ bám chắc của lớp mạ với kim loại nên.

Thành phần và chế độ công nghệ tẩy đồng và hợp kim đồng xem bảng 3 – 6

5. Những điểm chú ý khi tẩy axit

(1) Khi tẩy trong HCl, dung dịch mới pha có tỷ lệ nước : axit HCl là 2 : 1. Nếu quá loãng tác dụng tẩy yếu, nếu đặc quá hơi axit bay ra nhiều, thao tác không thuận lợi. Những sản phẩm cần chính xác, để chống sự quá ăn mòn cho thêm vào dung dịch tẩy 2 – 3% urotropin.

(2) Khi tẩy trong dung dịch HCl không được già nhiệt, nếu không HCl bay hơi. Urotropin cũng bị phân huỷ, sản phẩm bị ăn mòn mạnh.

(3) Sản phẩm là đồng không tẩy trong dung dịch axit HCl.

(4) Khi tẩy nhẹ, không để thời gian quá dài nếu không sẽ gây ăn mòn, ảnh hưởng đến độ bóng của sản phẩm.

(5) Bé tẩy đồng và hợp kim đồng, nếu thể tích không lớn, khi làm việc liên tục sẽ quá nhiệt, nhiệt độ cao, gây nên sự ăn mòn. Để tránh hiện tượng này không tẩy tập trung, mỗi lần tẩy không quá nhiều, không chế thời gian tẩy.

Chương 4

ĐÁNH BÓNG HÓA HỌC VÀ ĐÁNH BÓNG ĐIỆN

I. ĐÁNH BÓNG HÓA HỌC

Đánh bóng hóa học tiến hành khi đưa sản phẩm vào trong dung dịch thích hợp, dùng phương pháp hóa học để đánh bóng bề mặt kim loại. Đánh bóng hóa học không cần nguồn điện và giá treo. Có thể đánh bóng những sản phẩm phức tạp, hiệu quả cao. Nhược điểm của đánh bóng hóa học là thời gian sử dụng ngắn, điều chỉnh dung dịch khó khăn, có nhiều khí độc hại, khó khống chế chất lượng đánh bóng. Đánh bóng hóa học dùng để gia công những sản phẩm kim loại trang trí.

1. Đánh bóng hóa học và sắt thép

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ đánh bóng hóa học sắt thép thường xem bảng 4 – 1.

Bảng 4 – 1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ đánh bóng hóa học sắt thép thường

Thành phần dung dịch (ml/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5	6
HNO ₃ (65%)	75				100	
H ₂ SO ₄ (98%)				0 – 10 phần	30	0,05
H ₃ PO ₄ (85%)					600	
H ₃ PO ₄ (P ₂ O ₅ 72 – 75%)	175			100 phần		
H ₂ C ₂ O ₄ ·2H ₂ O			3			
H ₂ O ₂ (30%)		70 – 80	100			25 – 60
NH ₄ HF ₂ (g/l)		20	10			30 – 50
CO(NH ₂) ₂ (g/l)		20	10			
C ₆ H ₅ COOH (g/l)		1 – 1.5	1			
CrO ₃ (g/l)					5 – 10	
Chất tẩy Hải âu		0,05	0,05			
pH	1 – 1,2	2 – 3			120 – 140	15 – 30
Nhiệt độ (°C)	60 – 70	15 – 30	Thường	180 – 250	< 10	2 – 30
Thời gian (phút)	2 – 3	0,5 – 2		Vài phút		

Chú ý

– Pha chế 1: Đánh bóng thép cacbon thấp.

– Pha chế 2: Đánh bóng thép cacbon trung bình thấp.

- Pha chế 3, 4: Đánh bóng thép cacbon cao H_3PO_4 (P_2O_5 72 – 75%) điều chế bằng cách đun nóng H_3PO_4 cho thoát nước, hoặc cho P_2O_5 .
- Pha chế 5: Đánh bóng thép cacbon trung bình và thép hợp kim thấp..
- Pha chế 6: Đánh bóng thép cacbon hàm lượng cacbon < 0,5 %.

2. Đánh bóng hóa học và hợp kim đồng

Đánh bóng hóa học đồng và hợp kim đồng xem bảng 4 – 2.

Bảng 4 – 2. Thành phần và chế độ làm việc dung dịch đánh bong hóa học đồng và hợp kim đồng

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5	6	7	8	9
H_3PO_4 (mM)	500 – 600	160 – 170				400 – 600			
HNO_3 (mM)	100	30 – 40	100	50 – 60		150 – 180	400		
CH_3COOH (mM)	300 – 400	110 – 120			30 – 40	60			
H_2SO_4 98% (mM)				100	100 – 140	250 – 280	3 – 5		
HCl 37% (mM)		Rất ít			0,8 – 1,5	3			
$C_2H_5O_2H_2O$								80 – 100	80 – 100
H_2O_2 30%		1,5 – 2		430 – 470	140 – 160				
C_2H_5OH			60 – 70	40 – 60					
$CO(NH_2)_2$			2		32 – 36		10 – 15		10 – 15
$(NH_4)_2SO_4$					150 – 180				
$CuCl_2$						30			
$K_2Cr_2O_7$						50			
CrO_3							180 – 200		
$8 - C_2H_5NO$		Rất ít			120 – 60				
Nước			100	460 – 440	640 – 690				
Nhiệt độ (°)	4 – 60	30 – 50	20	20 – 45	20 – 45				50 – 65
Thời gian (phút)	3 – 10	1 – 3	Vài phút	0,5 – 1,5	0,5 – 1,5				

Chú ý:

- Pha chế 1 – 3: Đánh bóng đồng, đồng kẽm.
- Pha chế 4 – 5: Đánh bóng đồng kẽm, NO_2 bay ra ít.
- Pha chế 6: Hạn chế NO_2 bay ra cải thiện môi trường.
- Pha chế 7: Dùng rỗng rỉ để đánh bóng hợp kim có lượng thiếc lớn hơn 5%, thay thế 1/3 $C_2H_5O_2$ bằng H_2SO_4 , nâng cao chất lượng đánh bóng.
- Pha chế 8 – 9: Đánh bóng chi tiết chính xác, độ thô bê mặt thấp.

3. Đánh bóng hóa học nhôm và hợp kim nhôm

Đánh bóng hóa học nhôm và hợp kim nhôm gồm hai loại dung dịch. Một loại là dung dịch đánh bóng gốc axit nitric, loại khác là dung dịch không có gốc axit nitric.

Thành phần dung dịch đánh bóng hóa học nhôm và hợp kim nhôm có gốc NO_3^- xem bảng 4 – 3, không có gốc NO_3^- xem bảng 4 – 4.

Bảng 4 – 3. Thành phần và chế độ công nghệ đánh bóng hóa học nhôm và hợp kim nhôm có H_3PO_4

Thành phần (ml/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5	6
H_3PO_4 (85%)	800	800	850	700	750	500
H_2SO_4 (98%)	100					400
HNO_3 (65%)	60	30	50	100	70	100
CH_3COOH			100			
HF					40	
$\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_2\text{H}_2\text{O}$ (g/l)				200		
$\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ (g/l)	30					
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	90 – 105	70 – 80	80 – 100	80 – 90	80 – 90	100 – 150
Thời gian (phút)	1 – 2	0,5 – 5	2 – 5	3 – 5	0,5 – 1	Vài phút

Bảng 4 – 4. Thành phần và chế độ công nghệ đánh bóng hóa học nhôm và hợp kim nhôm không có H_3PO_4

Pha chế	1	2	3
Thành phần (g/l)	NaOH 280	HNO_3 130	HNO_3 25 – 30
	NaNO_3 250	NH_4HF_2 150	NH_4HF_2 150
	NaNO_2 170	PbNO_3 0,5	CrO_3 6
	Na_3PO_4 110		$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 6
	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0,15		
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	130 – 140	45 – 65	90 – 98
Thời gian (phút)	0,5 – 2	15 – 30 (giây)	4 – 5

Chú ý: Chất lượng đánh bóng hóa học dung dịch không có H_3PO_4 không tốt như dung dịch đánh bóng hóa học có H_3PO_4 , nhưng giá thành thấp, chùy yếu để đánh bóng bề mặt sản phẩm qua đánh bóng cơ khí.

Dung dịch đánh bóng hóa học có H_3PO_4 sinh ra nhiều chất độc hại, nhưng có độ bóng cao như đánh bóng cơ khí.

Sau khi đánh bóng hóa học nhôm và hợp kim nhôm, bề mặt rất dễ bị ăn mòn, biến màu, có thể tiến hành thụ động hóa trong dung dịch HNO_3 520 – 850 g/l, nhiệt độ thường, thời gian 10 – 30 giây.

4. Đánh bóng hóa học kẽm, cacđimi, niken

Thành phần và chế độ công nghệ đánh bóng hóa học kẽm, cacđimi, nikен xem bảng 4 – 5.

Bảng 4 – 5. Thành phần và chế độ công nghệ đánh bóng hoa học kẽm, cacđimi, nikén

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>
H_3PO_4 (85%)			10	60	
H_2SO_4 (98%)	1 – 2	3	10	20	6 – 9
HNO_3 (65%)			30	20	
CH_3COOH (36%)			50		
CrO_3	100 – 150				
H_2O_2					
$Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$					200
Thời gian (phút)	20 – 30 giây	15 – 20 giây	0,5 – 1 phút	1 – 3	5 – 10
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	Thường	Thường	85 – 95	80 – 85	Thường
Phạm vi ứng dụng	Đánh bóng Zn, Cd	Đánh bóng Zn	Đánh bóng Ni	Đánh bóng Ni bẩn bóng	Đánh bóng Zn, Cd

5. Đánh bóng hóa học thép không gỉ

Đánh bóng thép không gỉ xem bảng 4 – 6.

Bảng 4 – 6. Thành phần và chế độ công nghệ đánh bóng thép không gỉ

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>
H_3PO_4 (85%)	10 ml/l	132	250			450 ml/l
H_2SO_4 (98%)	2 ml/l			227 ml/l		120 ml/l
HNO_3 (65%)	10 ml/l		6	40 ml/l		
HCl (37%)	5 ml/l	60	50	67 ml/l		
HF (40%)	100 – 150	25				
$H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$			40		180 – 200	
Poliglicola	2					
$C_6H_{10}O_6 \cdot Na_2H_2O$	0,3		10			
$(CH_2)_6N_4$		2				
Chất tẩy Hải âu hoặc OP					10 – 150	
$CS(NH_2)_2$		2				
Chất phụ gia GD – I						17,85
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	95	< 40	80 – 90	50 – 80	50 – 60	
Thời gian (phút)	5	3 – 10	3 – 5	3 – 20	3 – 5	

II. ĐÁNH BÓNG ĐIỆN HÓA

Đánh bóng điện hóa là quá trình đánh bóng chi tiết ở anôt, trong dung dịch đặc biệt, được bề mặt bằng phẳng bóng đẹp. Đánh bóng điện hóa dùng để chuẩn bị bề mặt trước khi mạ, già công tinh lớp mạ hoặc già công kim loại đặc lập. Khi đánh bóng điện hóa, chi tiết kim loại là anôt, catôt là chì hoặc thép không gỉ v.v. Khi có điện, trên

bề mặt kim loại hình thành màng dính, điện trở cao, bề mặt chỏ lõi, mặt độ dòng điện lớn, kim loại hòa tan nhanh, chỏ lõm mặt độ dòng điện nhỏ, kim loại hòa tan chậm. Do đó, bề mặt chỏ lõi hòa tan nhanh, chỏ lõm hòa tan chậm, bề mặt kim loại bằng phẳng.

Dánh bóng điện hóa nang cao hệ số phản quang bề mặt, dùng để gia công tinh chi tiết kim loại, loại bỏ bavia v.v. Dánh bóng điện hóa dùng để đánh bóng thép kết cấu, thép không gỉ nikén – crôm, đồng và hợp kim đồng, nhôm và hợp kim nhôm, nikén, và hợp kim nikén v.v.

1. Đánh bóng điện hóa sắt thép

Dánh bóng thép cacbon và thép hợp kim thấp, thường dùng dung dịch $H_3PO_4 - CrO_4$, catôt là chì, điện thế 12V. Dánh bóng thép không gỉ thường dùng dung dịch $H_3PO_4 - H_2SO_4$.

Dung dịch đánh bóng mới pha, phải tiến hành xử lý điện phân, diện tích catôt lớn hơn máy lần diện tích anôt, để một bộ phận ion Cr^{+6} khử thành ion Cr^{+3} , mật độ dòng điện anôt thường dùng là $30 - 40 A/dm^2$, với điện lượng $5 - 6 A \text{ giờ/l}$. Sau khi xử lý điện phân, có thể đánh bóng điện hóa.

Trong quá trình điện phân, sự hòa tan sắt làm cho dung dịch không ngừng tích lũy sắt, độ bóng kim loại dần giảm xuống. Khi hàm lượng sắt (tính theo Fe_2O_3) đạt đến $7\% - 8\%$, cần phải thay thế dung dịch. Nếu nồng độ Cr^{+3} vượt quá 2% (tính theo Cr_2O_3), chất lượng đánh bóng giảm xuống. Có thể xử lý bằng cách điện phân với diện tích anôt lớn, anôt là grafit, catôt tối nhât được cách ly bởi ống sứ. Sau khi điện phân, có thể loại bỏ hợp chất crôm hóa tri ba trong vùng catôt. Thành phần và chế độ công nghệ đánh bóng thép cacbon, thép hợp kim, thép không gỉ xem bảng 4 – 7.

Bảng 4 – 7. Thành phần và chế độ công nghệ đánh bóng điện hóa thép cacbon,

thép hợp kim và thép không gỉ

<i>Thành phần(%)và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>
$H_3PO_4(98\%)$	65 – 75	72	65 – 70	11	50 – 60	42	560 ml/l
$H_2SO_4(98\%)$	12 – 15			36	20 – 30		400 ml/l
CrO_4	5 – 6	23	12 – 14	10			50 g/l
$C_6H_5(OH)_3$				25		47	
Nước	12 – 14	5	18 – 20	18	20	11	
Giellatin							7 – 8 g/l
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	60 – 70	65 – 75	75 – 80	40 – 85	50 – 60	100	55 – 65
Thời gian (phút)	10 – 15	3 – 5	10 – 15	3 – 10	10	30	4 – 5
Mật độ dòng điện anôt (A/dm^2)	20 – 30	20 – 80	20 – 30	10 – 25	20 – 100	5 – 15	20 – 50
Tỷ trọng (g/l)	1,73 – 1,75			> 1,46	1,64 – 1,75		1,76 – 1,82
Điện thế (V)					6 – 8	15 – 30	
Nguyên liệu catôt	Chì	Chì	Chì	Chì	Chì	Chì	Chì
Phạm vi ứng dụng	Thép cacbon	Các loại thép	Các loại thép	Các loại thép	Thép không gỉ	Thép không gỉ	Thép không gỉ

2. Đánh bóng điện hóa đồng và hợp kim đồng

Đánh bóng điện hóa đồng và hợp kim đồng thường dùng dung dịch đánh bóng H_3PO_4 là chính. Dung dịch mới pha cần phải tiến hành điện phân, để dung dịch có một ít ion đồng, nâng cao hiệu quả đánh bóng. Độ nâng cao độ bên chống gi, tiến hành thu động hoá trong dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 10%, thời gian 1 phút hoặc dung dịch C_6H_5N , 2,5%, thời gian 5 phút.

Thành phần và chế độ công nghệ đánh bóng điện hóa đồng và hợp kim đồng xem bảng 4 – 8.

Bảng 4 – 8. Thành phần và chế độ công nghệ đánh bóng đồng và hợp kim đồng

Thành phần (%) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5	6
H_3PO_4 (85%)	700	765	420	670	470	350
H_2SO_4 (98%)				100	200	
C_6H_5OH (88%)		15				
CrO_3			60			
C_6H_5OH						620
C_6H_5N (g/l)	0,5					
Nước	300	200	200	300	400	
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	20 – 40	15 – 30	20 – 40	20	20	20
Thời gian (phút)	5 – 15	3 – 8	1 – 3	15	15	10 – 15
Mật độ dòng điện anode (A/dm ²)	8 – 25	15 – 40	30 – 50	10	10	2 – 7
Tỷ trọng (g/cm ³)	1,55 – 1,6		1,6 – 1,65			
Điện thế (V)				2 – 2,2	2 – 2,2	2 – 5
Nguyên liệu catôt	Chì	Chì	Chì	Chì	Chì	Chì
Phạm vi ứng dụng	Đồng và hợp kim đồng	Đồng và hợp kim đồng	Đồng và hợp kim đồng	Đồng và hợp kim đồng	Hợp kim Cu – Sn (Sn > 6%)	Hợp kim Cu – Pb (Pb 30%)

Dung dịch mới pha cần tiến hành điện phân, khi đánh bóng điện phân, catôt dùng vài chịu axit bao lại và thường xuyên xoa rửa bột đồng trên catôt, để tránh nhiễm bẩn dung dịch.

3. Đánh bóng nhôm và hợp kim nhôm

Đánh bóng nhôm và hợp kim nhôm thường dùng dung dịch axít, nhưng đối với nhôm tinh khiết và nhôm hợp kim magiê, cần đánh bóng trong dung dịch tinh kiềm. Đánh bóng trong dung dịch axít, tốc độ hòa tan nhanh, hiệu quả đánh bóng tốt. Sau khi đánh bóng điện hóa, trên bề mặt hình thành lớp màng ôxi hóa, có tính năng chống gi. Trong quá trình sử dụng, hàm lượng Cr^{+3} dần tăng cao, có thể xử lý điện phân để ôxi hóa Cr^{+3} thành Cr^{+6} . Khi hàm lượng nhôm trong dung dịch vượt quá 5%, cần phải thay thế từng phần hoặc toàn bộ dung dịch. Dung dịch cần không có ion clo hoặc hàm lượng thấp hơn 80 mg/l, nếu không sẽ sinh ra điểm gi.

Dung dịch đánh bóng tinh kiêm, có mật độ dòng điện thấp, tốc độ ăn mòn kim loại nên ít, chủ yếu để nâng cao độ bóng của nhôm sau khi đánh bóng điện hóa. Sau khi đánh bóng, trên bề mặt sẽ hình thành lớp màng ôxi hóa bám trong suốt. Vì thế, sau khi đánh bóng cần phải khử màng trong dung dịch H_3PO_4 và CrO_3 , thành phần dung dịch là CrO_3 10g/l, H_3PO_4 30 ml/l. Thành phần và chế độ công nghệ đánh bóng điện hóa nhôm và hợp kim nhôm xem bảng 4 – 9.

Bảng 4 – 9. Thành phần và chế độ công nghệ đánh bóng điện hóa nhôm và hợp kim nhôm

<i>Thành phần (%) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>
H_3PO_4 (85%)	85 – 88	60	60 – 79	45	38	400 ml
H_2SO_4 (98%)			30 – 50	42	36	60 ml
CrO_3 (88%)	12 – 14	20	6 – 8	3	4	
Nước	đến ný trong	20	4 – 7	12	24	140 ml
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	70 – 80	60 – 65	60 – 80	70 – 80	70 – 90	85 – 95
Mật độ dòng diện anôt(A/dm ²)	15 – 20	40	15 – 65	30 – 50	20 – 40	15 – 25
Tỷ trọng (g/cm ³)	1,7 – 1,72		1,65 – 1,7			
Điện thế (V)	12 – 15			12 – 15	12 – 15	
Thời gian (phút)	1 – 3	3	5 – 10	2 – 5	2 – 5	5 – 7
Nguyên liệu catôt	Chì, thép không gi	Chì, thép không gi	Chì, thép không gi	Chì, thép không gi	Chì, thép không gi	Chì, thép không gi
Phạm vi ứng dụng	Al, Al – Mg, Al – Mg – Si	Hợp kim Al, Cu 3% Mg 1,5% Ni 1% – Fe 1%	Al, Al – Mg, Al – Mn, Al – Cu	Al, Al – Cu	Al, Al – Mg, Al – Mn	Nhôm và hợp kim nhôm

Công nghệ đánh bóng tinh kiêm như sau:

$NaPO_4 \cdot 12H_2O$	130 – 150 g/l	Mật độ dòng điện anôt 8 – 12 A/dm ²
Na_2CO_3	350 – 380 g/l	Nhiệt độ: 95 – 98 ($^{\circ}C$)
$NaOH$	3 – 5 g/l	Thời gian 6 – 10 phút
pH	11 – 12	Nguyên liệu catôt: Thép không gi
Điện thế	12 – 15V	Khuấy hoặc di động anôt

Chương 5

XỬ LÝ BỀ MẶT NHỮNG KIM LOẠI KHÁC NHAU

Để đảm bảo chất lượng lớp mạ, cần phải xử lý bề mặt trước khi mạ để bề mặt sạch và hoạt hóa. Thông thường, phải qua các công nghệ mài bóng, đánh bóng, tẩy dầu, tẩy nhẹ v.v. để được bề mặt sạch theo yêu cầu.

I. XỬ LÝ BỀ MẶT SẮT THÉP THÔNG THƯỜNG

1. Nếu bề mặt chỉ liết có nhiều dầu mỡ, thuộc đánh bóng v.v. cần phải tẩy dầu. Có thể tẩy dầu trong dung môi hữu cơ hoặc tẩy dầu hóa học. Những chi tiết bị giòn do hyđrô, không tẩy dầu catôt.

2. Nhiệt luyện khử ứng lực: Để đề phòng thép cường độ cao, thép lò xo, trong quá trình mạ bị giòn hyđrô, trước khi mạ, cần phải tôi ở nhiệt độ thấp hơn $10 - 25^{\circ}\text{C}$, thời gian trên 3 giờ, để khử ứng xuất nội. Khi không biết nhiệt độ tôi, có thể tôi ở nhiệt độ $180 - 200^{\circ}\text{C}$, giữ nhiệt trong thời gian trên 3 giờ.

3. Những chi tiết có lớp gỉ và ôxi hóa cần phải tẩy gi: tùy theo mức độ gi và lớp ôxi hóa, nguyên liệu nên mà chọn dung dịch thích hợp. Những chi tiết dễ thâm hyđrô gây giòn, không tẩy axit, có thể dùng phương pháp phun cát, mài bóng, quay bóng v.v.

4. Trên bề mặt chi tiết sau khi tẩy axit, có lớp mùn, có thể tẩy trong dung dịch H_2SO_4 $30 - 50 \text{ g/l}$ và CrO_3 $200 - 300 \text{ g/l}$ hoặc NaOH $50 - 100 \text{ g/l}$, nhiệt độ $70 - 80^{\circ}\text{C}$, hoặc NaOH $50 - 100 \text{ g/l}$, H_2O_2 $5 - 15 \text{ g/l}$, nhiệt độ thường.

5. Chi tiết sau khi đã xử lý qua các công nghệ trên, bề mặt rất sạch, chỉ cần tẩy nhẹ làm cho bề mặt hoạt hóa. Thành phần dung dịch tẩy nhẹ là HCl hoặc H_2SO_4 $50 - 100 \text{ ml/l}$, nhiệt độ thường, thời gian $0.5 - 2$ phút.

II. XỬ LÝ BỀ MẶT ĐỒNG VÀ HỢP KIM ĐỒNG

Xử lý bề mặt đồng và hợp kim đồng khác với sắt thép như sau:

– Tẩy đồng và hợp kim đồng không cần có biện pháp chống giòn hyđrô, bởi vì giòn hyđrô rất nhỏ.

– Tẩy đồng và hợp kim đồng có ít mùn, không cần phải tiến hành xử lý mùn.

Ngoài hợp kim Cu – Sn, Cu – Sn – Be, các phương pháp xử lý hợp kim đồng khác giống như xử lý đồng tinh khiết.

1. Xử lý thông thường

Giống như các kim loại khác, nếu bề mặt chi tiết có nhiều dầu mỡ hoặc thuốc đánh bóng, cần phải tiến hành tẩy dầu. Những chi tiết cần mạ cục bộ, tiến hành xử lý cách điện những chỗ không cần mạ. Thành phần và chế độ công nghệ tẩy dầu xem bảng 2 – 2 và 2 – 6.

2. Tẩy gi

Khi bề mặt đồng có lớp ôxit và gi cần phải tiến hành tẩy gi. tiến hành tẩy gi đồng xem bảng 3 – 6.

Hợp kim Cu – Zn – Pb, khi tẩy trong dung dịch H_2SO_4 sẽ sinh thành kẽt tủa $PbSO_4$ làm cho lớp mạ có nhiều lỗ hoặc bong ra. Vì vậy, khi tẩy hợp kim Cu – Zn – Pb cần tẩy trong dung dịch HNO_3 hoặc HBF_4 , nhiệt độ thường.

3. Tẩy nhẹ

Ngoài hợp kim Cu – Zn – Pb, tẩy nhẹ đồng và hợp kim đồng đều dùng dung dịch HBF_4 20 – 50 ml/l hoặc HNO_3 100 – 200 ml/l, ở nhiệt độ thường. Nếu mạ trong dung dịch flu – borat, đồng và hợp kim đồng, có thể tẩy nhẹ trong dung dịch HBF_4 80 – 100 ml/l, không cần rửa nước, đưa trực tiếp vào bể mạ.

4. Trung hòa

Giống như sắt thép, mạ trong dung dịch xianua, sau khi tẩy nhẹ đồng và hợp kim đồng cần phải tẩy nhẹ đồng và hợp kim đồng trong dung dịch Na_2CO_3 30 – 100 g/l.

III. XỬ LÝ BỀ MẶT NHÔM VÀ HỢP KIM NHÔM

Để được lớp mạ bám chắc trên nhôm và hợp kim nhôm, cần dùng các biện pháp sau:

- Tẩy đi lớp màng ôxi hóa tự nhiên, để phòng màng ôxi hóa mới sinh ra trước khi mạ.
- Trên nhôm và hợp kim nhôm tạo nên màng ôxi hóa nhân công có cấu tạo đặc biệt, nâng cao độ bám chắc lớp mạ.
- Phối hợp xử lý trước thich hợp, mạ trực tiếp trong dung dịch đặc biệt, nếu chi tiết không xảy ra phản ứng trao đổi, cũng được lớp mạ bám chắc tốt.

Nhôm và hợp kim nhôm có nhiều loại, xử lý nhiệt luyện khác nhau, rất khó tìm được phương pháp xử lý trước chung nhất

1. Tẩy dầu hóa học

(1) Tẩy dầu trong dung môi hữu cơ

Trên bề mặt nhôm và hợp kim nhôm có nhiều dầu mỡ, cần phải tiến hành tẩy trong dung môi hữu cơ như xăng, dầu hỏa, tricloetylen.

(2) Tẩy dầu hóa học và tẩy dầu điện hóa

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ tẩy dầu hóa học và tẩy dầu điện hóa nhôm và hợp kim nhôm xem bảng 5 – 1.

Bảng 5 – 1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ tẩy dầu hóa học

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	Tẩy dầu hóa học							Tẩy điện hóa
	1	2	3	4	5	6	7	
NaOH	2 – 4			15 – 20				
Na ₂ CO ₃	30	23 – 25	30 – 40	40 – 50	40 – 60	20		10
Na ₂ PO ₄ ·12H ₂ O	30		50 – 60	25 – 30	40 – 60			
Na ₂ SiO ₃					20 – 30			
Na ₄ P ₂ O ₁₀								10
Tẩy Hại áu(mL/l)	0,5 – 1							
Tẩy dầu LT – 83						15 – 30		
Tẩy YB ~ 5							100	
Nhiệt độ (°C)	80 – 85	70 – 80	60 – 70	60 – 80	50 – 70	20 – 50	Thường	60
Thời gian (phút)		10 – 30	1 – 3	0,5 – 1	15 – 30	5 – 20		1
Mật độ dòng cátôt (A/dm ²)								10

2. Xử lý ăn mòn

(1) Ăn mòn kiềm

Ăn mòn kiềm có thể tẩy đi lớp màng ôxi hóa tự nhiên và làm thô bề mặt, nâng cao độ bám chắc. Thành phần và chế độ công nghệ ăn mòn kiềm xem bảng 5 – 2.

**Bảng 5 – 2. Thành phần và chế độ công nghệ ăn mòn kiềm nhôm
và hợp kim nhôm**

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5
Na ₂ CO ₃				20 – 30	
Na ₂ PO ₄			30 – 50	30 – 40	
NaOH	50 – 80	50 – 100	2 – 5	50 – 70	40 – 50
NaHCO ₃			10 – 30		
Na ₂ SiO ₃				5 – 10	
NaF					40 – 60
Chất hoạt động bề mặt phi ion			0,5 – 1		
Nhiệt độ (°C)	60 – 70	50 – 60	50 – 70	70 – 80	40 – 60
Thời gian (giây)	15 – 30	30 – 60	10 – 30	60 – 120	30 – 120
Phạm vi sử dụng	Nhôm tinh khiết và nhôm hợp kim		Nhôm đúc, nhôm cung, nhôm chống gi	Nhôm cứng	Nhôm hợp kim trước khi ôxi hoá dung dịch H ₂ SO ₄

(2) Ăn mòn axit

Khi tẩy kiềm và ăn mòn kiềm, những kim loại như Fe, Mn, Cu, Mg, Si v.v. không hòa tan trong kiềm, còn lưu lại trên bề mặt nhôm. Ăn mòn axit có thể tẩy đi lớp mủn ăn mòn trên bề mặt, làm bóng bề mặt. Thành phần dung dịch ăn mòn axit và chế độ công nghệ xem bảng 5 – 3.

Bảng 5 – 3. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ ăn mòn axit nhôm và hợp kim nhôm

Thành phần (g/l)và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5
H ₂ SO ₄ (98%)		150	100		
HNO ₃ (65%)	500			500 – 750	500
HF(48%)					100
NH ₄ HF ₂				50 – 120	
H ₂ O ₂ (30%)			50		
Nhiệt độ (°C)	Thường	80	Thường	Thường	Thường
Thời gian (giây)	0,5 – 1	210 – 300	0,5 – 1	0,5 – 1	3 – 10
Phạm vi ứng dụng	Al, Al – Mn	Al – Mg, Al – Mg – Si	Nhôm và hợp kim nhôm	Nhôm và hợp kim nhôm	Al – Si

3. Xử lý trung gian

Để được lớp mạ bám chắc tốt, cần cứ vào các lớp mạ khác nhau trên bề mặt nhôm đã làm sạch, tiến hành thấm kẽm, thấm hợp kim, ôxi hóa dung dịch H₃PO₄ hoặc ăn mòn trong dung dịch HCl.

(1) Thấm kẽm

Khi cho sản phẩm vào trong dung dịch muối kẽm, không những tẩy đi lớp màng ôxi hóa trên bề mặt, mà còn tạo ra lớp kẽm trao đổi, lớp kẽm này mịn, bám chắc tốt. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ thấm kẽm xem bảng 5 – 4.

Thấm kẽm lần một, lớp mạ kẽm thô, nhiều lỗ, độ bám chắc không tốt, vì thế phải hòa tan hoàn toàn lớp mạ trong dung dịch HNO₃ 500 ml/l, sau đó thấm kẽm lần hai, lớp mạ kẽm thu được bóng, mịn, thấm kẽm hai lần tiến hành trong cùng một bể.

Bảng 5 – 4. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ thám kẽm nhôm và hợp kim nhôm

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	1	2	3	4	5	6	7	8
NaOH	500	300	120	50	200	240	200 – 300	200
ZnO	100	75	20	5	30			
ZnSO ₄ ·7H ₂ O						120	80 – 100	30
NiSO ₄ ·7H ₂ O						60	60 – 80	30
KNaC ₄ H ₄ O ₆ ·4H ₂ O	10	10	50	50	50	120	100 – 120	30
FeCl ₃ ·6H ₂ O	1	1	2	2				
NaNO ₃			1	1				
NaF		11						
Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ ·H ₂ O						10		
Chất hoạt hóa							3 – 5	
Nhiệt độ (°C)	15 – 27	10 – 25	20 – 25	20 – 25	25 – 30	Thường	18 – 25	Thường
Thời gian (phút)	0,5 – 1	0,5 – 1	< 0,5	< 0,5	40 – 50 giây	20 – 30 giây	0,5 – 1	30 – 60 giây

(2) Thám kim loại nặng

Kẽm là lớp mạ anode. Trong môi trường ăn mòn ẩm ướt, lớp mạ kẽm ăn mòn theo chiều ngang. Cuối cùng, lớp mạ bị bong ra. Để tránh hiện tượng này, có thể thám kim loại nặng. Thành phần và chế độ thám kim loại nặng xem bảng 5 – 5.

**Bảng 5 – 5. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ thám kim loại nặng
nhôm và hợp kim nhôm**

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>Thiếc *</i>	<i>Sắt</i>	<i>Niken</i>	<i>Kẽm – nikен</i>
Na ₂ SnO ₃ ·3H ₂ O	65			
NaCl ₃ ·6H ₂ O dung dịch bão hòa (ml/l)			970 – 980	
3Ni(OH) ₂ ·2NiCO ₃ ·4H ₂ O				Điều chỉnh pH = 3 – 3,5
FeCl ₃ ·6H ₂ O		20		
KNaC ₄ H ₄ O ₆ ·4H ₂ O	3			
NaOH	4			
HF (40%) (ml/l)				170 – 180
ZnO			40	60 – 70
HCl (37%) (ml/l)		16 – 17	20 – 22	4 – 5
Nhiệt độ (°C)	15 – 25	90 – 95	Thường	Thường
Thời gian (phút)	0,5	0,5 – 1	0,5 – 1	0,5 – 1,5

* Sau khi thám thiếc, không cần rửa, có thể mạ trước trong dung dịch hợp kim đồng thiếc xianua.

(3) Phương pháp pha chế dung dịch thám kẽm – niken

Trong bể chất dẻo, cho vào dung dịch HF. Sau đó, cho H_3BO_3 vào, khuấy đều cho đến khi tan hoàn toàn, vừa khuấy vừa cho ZnO ở dạng bột nhão. Sau khi hòa tan, điều chỉnh pH = 3 – 3,5 bằng cách cho $Ni(OH)_2$, $2NiCO_3$, $4H_2O$, cho nước đến mức quy định. Khi thám kẽm đúc, độ bám chắc lớp mạ không tốt, vì thế dùng công nghệ thám kim loại nặng. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ thám kim loại nặng thép đúc xem bảng 5 – 6.

Bảng 5 – 6. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ thám kim loại nặng thép đúc

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>Niken</i>	<i>Niken</i>	<i>Đồng</i>
$NiCl_2 \cdot 6H_2O$ dung dịch bão hòa	350 – 520	400 – 500	
H_3BO_3	30 – 50	30 – 50	
HF (40%)	20 – 30 (ml/l)	20 – 40 (ml/l)	
HCl (37%)	5 – 10 (ml/l)		
$CuCl_2 \cdot 2H_2O$			12
NaOH			5
$KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$			28
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	Thường	Thường	Thường
Thời gian (phút)	10 – 15 (giây)	0,5 – 1,5	20 – 30

(4) Ôxi hóa trong dung dịch H_3PO_4

Phương pháp này tạo thành màng ôxi hóa có nhiều lỗ, ngăn cản kết tủa tiếp xúc của kim loại trong bể mạ, nâng cao độ bám chắc lớp mạ. Phương pháp này không thích hợp với nhôm tinh khiết, nhôm đúc, chi tiết có hình dáng phức tạp. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ ôxi hóa trong dung dịch H_3PO_4 xem bảng 5 – 7.

Bảng 5 – 7. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ ôxi hóa
trong dung dịch H_3PO_4

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>
H_3BO_3	30 – 420	
H_2SO_4 (98%)	30 – 50	
$H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$	20 – 30	
$C_{12}H_{22}SO_4Na$	5 – 10	
Na_2CO_3		15 – 30
Na_3PO_4		25 – 30
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	Thường	50 – 70
Mật độ dòng điện anot (A/dm^2)	1 – 2	
Mật độ dòng điện catot (A/dm^2)		3 – 4
Thời gian (phút)	10 – 15	1 – 2

(5) Mạ lót trước

Để đảm bảo lớp mạ bám chắc với kim loại nền cần phải tiến hành mạ lót trước. Thông thường có mấy loại lớp mạ như sau:

a) Mạ hóa học nikén

Mạ hóa học nikén thích hợp với hợp kim đúc. Chi tiết hợp kim đúc sau khi xử lý làm sạch, dùng phương pháp mạ nikén hóa học dễ được lớp mạ bám chắc. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ nhôm đúc xem bảng 5 – 8.

b) Mạ nikén

Tiến hành mạ nikén trong dung dịch trung tính. Thành phần và chế độ công nghệ mạ nikén xem bảng 5 – 8. Sau khi mạ nikén, có thể mạ trực tiếp các loại mạ khác.

c) Mạ nhúng nikén hóa học

Mạ nhúng nikén dùng cho hợp kim nhôm – silic. Hợp kim nhôm hàm lượng silic cao hơn 13% không thể dùng phương pháp nhúng kẽm mà phải dùng phương pháp nhúng nikén để được lớp mạ bám chắc tốt. Thành phần và chế độ công nghệ mạ nhúng nikén hóa học xem bảng 5 – 8.

d) Mạ lót đồng

Mạ lót đồng có thể tiến hành trong dung dịch piro phốtphat hoặc trong dung dịch mạ đồng xianua xem bảng 5 – 8.

Bảng 5 – 8. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ lót trước

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	Mạ lót nikén trước			Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	Mạ lót đồng trước
	Mạ nikén hóa học	Mạ nhúng nikén hóa học	Mạ nikén		
NiSO ₄ ·7H ₂ O	30		140	CuCN	42
Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇	10		140	NaCN (tổng)	50 – 55
H ₃ BO ₃	15	30 – 40		NaCN (tự do)	5,7
NaH ₂ PO ₄	15 – 20			KNaC ₄ H ₄ O ₆ ·4H ₂ O	60
CH ₃ COONa	15			Na ₂ CO ₃	30
HF (40%) (ml/l)		20 – 30		pH	10,2 – 10,5
NiCl ₂ ·6H ₂ O		100 – 400	30	Mật độ dòng điện (A/dm ²)	1,3
(NH ₄) ₂ SO ₄			35		
Natri gluconat			30		
pH	4,8 – 5,2		6,8 – 7,2		
Nhiệt độ (°C)	75 – 90	Thường	50 – 60		
Thời gian (phút)	15 – 20	30 – 60 giây	5		
Mật độ dòng điện (A/dm ²)			2		

(6) *Những điểm chú ý*

- Sau khi mạ nikén hóa học, có thể trực tiếp mạ các kim loại khác, nhưng trước khi mạ, cần phải hoạt hóa trong dung dịch $\text{HCl} : \text{H}_2\text{O}$ là 1 : 1, nếu không sẽ gây ra hiện tượng phân tầng.
- Mạ lót đồng, mật độ dòng điện ban đầu lớn 2.6 A/dm^2 , thời gian 2 phút. Sau đó, mạ ở nhiệt độ thường 1.3 A/dm^2 , thời gian 3 – 10 phút.
- Nhôm và hợp kim nhôm sau khi mạ crôm cứng, mạ kẽm, đồng kẽm. Sau khi nhúng kẽm không cần mạ lót, nhưng khi đưa vào bể mạ phải có điện.

Chương 6

MẠ KẼM

Công nghệ mạ kẽm thường dùng là mạ kẽm trong dung dịch xi'anua, mạ kẽm dung dịch amôn, dung dịch muối KCl, dung dịch muối sunfat.

I. MẠ KẼM DUNG DỊCH MUỐI AMÔN

Dung dịch mạ kẽm muối amôn được lớp mạ kẽm tinh mịn, bóng, hiệu suất dòng điện cao, tốc độ kết tủa nhanh. Dung dịch mạ kẽm muối amôn có mấy loại, khác nhau ở khả năng phân bố: Dung dịch $\text{NH}_4\text{Cl} - \text{N}(\text{CH}_2\text{COOH})_3$ khả năng phân bố tốt nhất. Dung dịch $\text{NH}_4\text{Cl} - \text{C}_6\text{H}_5\text{O}$, khả năng phân bố trung bình. Dung dịch NH_4Cl khả năng phân bố kém. Vì vậy, dung dịch NH_4Cl để mạ những chi tiết đơn giản. Dung dịch $\text{NH}_4\text{Cl} - \text{N}(\text{CH}_2\text{COOH})_3$ và $\text{NH}_4\text{Cl} - \text{C}_6\text{H}_5\text{O}$, dùng để mạ những chi tiết phức tạp. Dung dịch mạ kẽm amôn ăn mòn thiết bị, xử lý nước khó khăn.

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ kẽm dung dịch muối amôn xem bảng 6 – 1.

Bảng 6 – 1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ kẽm amôn

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	Dung dịch NH_4Cl		Dung dịch $\text{NH}_4\text{Cl} - \text{C}_6\text{H}_5\text{O}$		Dung dịch $\text{NH}_4\text{Cl} - \text{N}(\text{CH}_2\text{COOH})_3$	
	1	2	3	4	5	6
ZnCl_2	30 – 35	30 – 50	30 – 40	40 – 50	30 – 40	30 – 45
NH_4Cl	220 – 280	220 – 280	220 – 250	240 – 270	220 – 270	250 – 280
H_3BO_3	25 – 30				–	–
$\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2\text{H}_2\text{O}$			20 – 30	20 – 30	–	10 – 30
$\text{N}(\text{CH}_2\text{COOH})_3$	1 – 2		1 – 2	1 – 2	30 – 40	1 – 1,5
Poliglicol (M > 6000)	1 – 2		1 – 2	1 – 2	1 – 1,5	1 – 1,5
$(\text{NH}_4)_2\text{CS}$	0,5 – 1				0,2 – 0,4	0,2 – 0,4
Chất tẩy Hải Âu						
AZA (ml/l)		10				
AZB (ml/l)		3				5,4 – 5,2
pH	5,6 – 6		5 – 6	5 – 6	5,8 – 6,2	20 – 30
Nhiệt độ (°C)	20 – 35		20 – 35	20 – 35	20 – 35	0,5 – 0,8
Mật độ dòng điện (A/dm^2)	1 – 2		1 – 3	0,5 – 0,8	0,8 – 1,5	

2. Tác dụng các thành phần trong dung dịch

(1) Hàm lượng kẽm

Hàm lượng kẽm cao thấp ảnh hưởng lớn đến chất lượng lớp mạ. Nếu hàm lượng kẽm cao, lớp mạ thô, hàm lượng kẽm thấp, tốc độ kết tủa chậm, hiệu suất giảm. Khi sản xuất bình thường, hàm lượng $ZnCl_2$ khoảng 30 – 40 g/l.

(2) NH_4Cl

Hàm lượng NH_4Cl trong phạm vi rộng, thường không chế trong phạm vi 200 – 300 g/l. NH_4Cl là muối dẫn điện và là chất tạo phức. Hàm lượng NH_4Cl cao, nâng cao độ dẫn điện và khả năng phân bố. Nếu hàm lượng quá cao, tốc độ hòa tan anot nhanh. Nếu cao quá, dễ sinh ra kết tinh, dẫn đến chất lượng lớp mạ giảm, hàm lượng quá thấp, khả năng phân bố thấp, lớp mạ thô, độ bóng giảm xuống. Thông thường, không chế hàm lượng NH_4Cl trong khoảng 250 g/l.

(3) $C_6H_8O_7$ và $N(CH_2COOH)_3$

Chúng là chất tạo phức có tác dụng nâng cao phân cực catot, nâng cao khả năng phân bố của dung dịch, lớp mạ kết tinh mịn, nhưng nếu hàm lượng quá cao sẽ làm giảm hiệu suất dòng điện, làm tăng sự thâm hydrot với lớp mạ, đồng thời tăng nhanh hòa tan anot. Khi hàm lượng thấp, khả năng phân bố của dung dịch kém, lớp mạ thô. Hàm lượng $N(CH_2COOH)_3$, khi mạ treo vào khoảng 30 – 40 g/l, khi mạ quay vào khoảng 20 – 30 g/l.

(4) Thioure

Thioure là chất làm bóng có gốc lưu huỳnh, nâng cao phân cực ca tốt, cải thiện khả năng phân bố lớp mạ, làm cho lớp mạ bóng mịn. Hàm lượng không chế trong khoảng 1 – 2 g/l. Nếu hàm lượng thấp hiệu quả không rõ rệt. Nếu quá cao làm tăng ứng suất nội lớp mạ, làm giòn lớp mạ.

(5) Poliglicola

Poliglicola là hợp chất hữu cơ, là chất hoạt động bề mặt phi ion. Trong quá trình mạ, có hai tác dụng: nâng cao khả năng phân bố dung dịch và nâng cao phạm vi sử dụng mật độ dòng điện. Sử dụng poliglicola có phân tử lượng trên 6000, không chế hàm lượng trong khoảng 1 – 2 g/l. Nếu hàm lượng thấp, độ bóng giảm, mật độ dòng điện nhỏ, hàm lượng cao làm giảm độ dẫn điện và khả năng phân bố lớp mạ, dễ sinh ra châm kim, tối, màng thụ động dễ biến màu v.v.

(6) Chất tẩy Hải Âu

Chất tẩy Hải Âu là chất hoạt động bề mặt, có tác dụng làm giảm sức cản bề mặt, làm tăng sự thâm ướt của dung dịch với lớp mạ, chống hiện tượng châm kim. Hàm lượng chất tẩy Hải Âu dưới 0,5 ml/l, nếu cao quá lớp mạ đen.

(7) H_3BO_3

Là chất đệm, bao dàn pH trong phạm vi quy định.

3. Ảnh hưởng của điều kiện công nghệ

(1) Giá trị pH

Giá trị pH cao, phạm vi sử dụng mực độ dòng điện nhỏ, độ bóng kém, lớp mạ tối, pH thấp, hiệu suất dòng điện thấp, hydro thoát ra trên catot nhiều, lớp màng có vết. Trong quá trình mạ, pH không ngừng tăng cao cần phải định kỳ điều chỉnh. Nếu pH cao điều chỉnh bằng dung dịch HCl loãng, nếu pH thấp điều chỉnh bằng dung dịch NaOH hay NH₄OH loãng.

(2) Nhiệt độ

Không chế nhiệt độ trong khoảng 15 – 30°C, nhiệt độ quá cao làm giảm khả năng tạo phức, thậm chí làm phân huỷ NH₄Cl, dòng thời làm tăng sự hòa tan anôt, nóng lên Zn²⁺ tăng cao, lớp mạ thô, có gai. Nhiệt độ thấp, NH₄Cl dễ kết tinh làm giảm chất lượng lớp mạ.

(3) Mật độ dòng điện catot:

Mật độ dòng điện catot có quan hệ tối với hàm lượng ion kẽm, giá trị pH, nồng độ dung dịch. Ở điều kiện bình thường, nâng cao mật độ dòng điện, nâng cao tác dụng phản ứng catot, lớp mạ kết tinh mịn. Nhưng nếu mật độ dòng điện quá cao, trên catot hydro thoát ra làm cho pH ở vùng catot tăng cao, muối kẽm thuỷ phân sinh thành Zn(OH)₂, bám trên bề mặt catot, lớp mạ cháy. Khi mạ quay, mật độ dòng điện cao sẽ sinh ra điểm màu đen. Vì vậy, phải không chế mật độ dòng điện catot trong khoảng 0,8 – 2 A/dm².

4. Pha chế dung dịch

ZnCl₂ và NH₄Cl hòa tan trong nước nóng, N(CH₂COOH)₃ hòa tan trong nước thành dạng huyền phù, vừa khuấy vừa cho NaOH 70% – 80% cho đến khi hòa tan hoàn toàn. Thioure, poliglicola, chất tẩy Hải Âu hòa tan riêng biệt trong nước nóng, sau đó cho vào dung dịch, cuối cùng cho nước đến mức quy định.

5. Bảo vệ dung dịch và khử tạp chất

(1) Bảo vệ dung dịch

- Tăng cường xử lý bề mặt, tránh dầu mỡ, giẻ cho vào bể mạ làm hỏng dung dịch;
- Các thành phần chủ yếu mỗi tuần phân tích một lần và kịp thời điều chỉnh trong phạm vi quy định;
- Hàng ngày phải lấy chiết mía rồi vào dung dịch, để phòng sát hòa tan, làm bẩn dung dịch;
- Cứ 3 tháng một lần, xử lý lại dung dịch.

(2) Khử tạp chất

- Xử lý đồng: Xử lý bằng bột kẽm, cho vào dung dịch 0,5 – 1 g/l bột kẽm, khoảng 30 phút, để yên 2 giờ, lọc.
- Xử lý tạp chất sắt: Cho vào dung dịch 0,3 – 0,5 ml/l H₂O₂ 30% khuấy 30 phút, sau đó dùng dung dịch NaOH để điều chỉnh pH = 7 – 8, vừa khuấy vừa cho vào dung dịch Na₂HPO₄ với hàm lượng 10 g/l, để sinh thành kết tủa FePO₄.

Sau khi để lắng 48 giờ, lọc, phân tích và điều chỉnh các thành phần điều chỉnh pH đến phạm vi quy định bằng dung dịch HCl loãng.

- Xử lý tạp chất hữu cơ: Gia nhiệt dung dịch 50°C cho vào 3 – 5 ml than hoạt tính, khuấy 30 phút để yên 12 giờ, lọc dung dịch, phân tích và điều chỉnh các thành phần trong phạm vi công nghệ mạ thử.

6. Những sự cố xảy ra và phương pháp khắc phục

Những sự cố và phương pháp khắc phục xem bảng 6 – 2.

Bảng 6 – 2. Những sự cố và phương pháp khắc phục

<i>Sự cố</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
Lớp mạ thô, không bóng	1. Hàm lượng kẽm cao; 2. Nhiệt độ dung dịch cao; 3. Hàm lượng chất làm bóng thấp; 4. pH cao; 5. NH ₄ Cl hoặc N(CH ₃ COO) ₂ cao.	1. Dùng dương cực grafit thay thế dương cực kẽm; 2. Giảm nhiệt độ bằng nước lạnh, hoặc làm bể kính thước lòi; 3. Bổ sung chất làm bóng; 4. Dùng HCl loãng điều chỉnh pH; 5. Cần cứ vào kết quả phân tích điều chỉnh lại dung dịch.
Lớp mạ giòn	1. Hàm lượng chất làm bóng cao; 2. pH thấp; 3. Mật độ dòng điện lớn; 4. Hàm lượng tạp chất trong dung dịch nhiều.	1. Cho 1 – 3 g/l than hoạt tính để xử lý; 2. Điều chỉnh pH bằng NH ₄ OH hoặc NaOH 5%; 3. Giảm mật độ dòng điện; 4. Xử lý bằng bột kẽm hoặc điện phân dòng điện nhỏ.
Màng thu động có hoa	1. Hàm lượng chất làm bóng cao; 2. Chất tẩy Hải Âu nhiều; 3. Nồng độ chất thu động không đúng, rửa không sạch.	1. Cho than hoạt tính khử, lọc dung dịch; 2. Cho than hoạt tính khử; 3. Điều chỉnh nồng độ chất thu động, tăng cường rửa sau khi thu động.
Khả năng phân bố kẽm	1. Mật độ dòng điện nhỏ; 2. Hàm lượng NH ₄ Cl thấp; 3. Chất hoạt động bê mặt ít.	1. Nâng cao mật độ dòng điện; 2. Bổ sung NH ₄ Cl; 3. Bổ sung Poliglicola, chất tẩy Hải Âu.

II. MẠ KẼM DUNG DỊCH ZINCAT

Dung dịch mạ kẽm Zincat gồm có ZnO, NaOH, chất hoạt động bê mặt, chất làm bóng.

Ưu điểm của dung dịch mạ loại này là: thành phần đơn giản, phạm vi công nghệ rộng, khả năng phân bố tốt, lớp mạ kết tinh mịn, bóng, dung dịch mạ không ăn mòn thiết bị, xử lý nước thái dẽ, không độc.

Nhược điểm là: Khi độ dày lớp mạ lớn, tính giòn tăng, khí tự lè chất phụ gia cho vào không đúng, dễ sinh ra lớp mạ rộp. Mặc dù vậy, mạ kẽm zincat vẫn được sử dụng rộng rãi.

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ xem bảng 6 – 3.

Bảng 6 – 3. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	I	2
ZnO	10 – 15	10 – 15
NaOH	100 – 120	110 – 150
NC Zin 90A (ml/l)	3 – 5	
NC Zin 90B (ml/l)	5 – 7	
JE – 04 (ml/l) chất làm bóng		6 – 10
JE – 04 (ml/l) chất ăn sâu		0 – 0,8
Nhiệt độ (°C)	20 – 35	10 – 45
Zn : NaOH		1 : (10 – 13)
Tỷ lệ điện tích catôt : anôt		1 : (2 – 3)
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	1 – 3	1 – 3
Độ dày lớn nhất cho phép (Mm)	< 25	< 25

2. Tác dụng các thành phần dung dịch

(1) ZnO

Hàm lượng kẽm trong dung dịch tương đối lớn. Hàm lượng ZnO trong khoảng 6 – 20 g/l có thể sản xuất bình thường. Khi hàm lượng kẽm cao, có thể dùng mật độ dòng điện lớn, tốc độ kết tủa nhanh. Nhưng nếu cao quá, tỷ biến lớp mạ thô, dễ cháy. Khi hàm lượng thấp, lớp mạ mịn bóng, khả năng phân bố tốt. Nếu quá thấp, phạm vi sử dụng mật độ dòng điện hẹp, hiệu suất dòng điện giảm, tốc độ kết tủa chậm. Vì vậy, hàm lượng ZnO trong khoảng 8 – 12 g/l.

(2) NaOH

NaOH là chất tạo phức với kẽm, đồng thời còn làm tăng độ dẫn điện và hòa tan anôt. Nếu hàm lượng cao, anôt hòa tan nhanh, hàm lượng kẽm tăng cao, lớp mạ thô và bay ra nhiều khí gây kích thích. Nếu hàm lượng quá thấp, độ dẫn điện giảm, điện áp cao, anôt dễ thụ động hóa, lớp mạ tối. Thông thường phải khống chế tỷ lệ Zn : NaOH = 1 : 8 – 1 : 10 (theo trọng lượng).

(3) Chất phụ gia

Chất phụ gia là chất hoạt động bề mặt, dễ hòa tan trong nước. Trong quá trình mạ có tác dụng hấp phụ, làm cản trở dòng điện, làm giảm sự chuyển dịch ion và tốc độ phóng điện, nâng cao phân cực anôt. Nhưng nếu hàm lượng quá cao, anôt hòa tan chậm, lớp mạ giòn, rộp.

3. Ảnh hưởng các điều kiện công nghệ

(1) Nhiệt độ dung dịch

Ở nhiệt độ 10 – 40°C đều được lớp mạ tốt. Khi nhiệt độ dung dịch thấp, phạm vi sử dụng mật độ dòng điện nhỏ, tốc độ kết tủa chậm. Khi nhiệt độ cao, khả năng phân bố giảm, tốc độ hòa tan anot nhanh, kết tinh lớp mạ thô.

(2) Tỷ lệ điện tích catôt, anôt

Tỷ lệ điện tích catôt, anôt là 1 : (2 – 3), anôt là kẽm cán tinh khiết, anôt đúc hàm lượng tạp chất nhiều. Để để phòng nồng độ ion kẽm tăng cao, có thể dùng anôt không hòa tan thay thế anôt kẽm.

Ví dụ: tôm titan, tôm thép không gỉ.

(3) Mật độ dòng điện catôt

Mật độ dòng điện thường không chế trong khoảng 1 – 3 A/dm². Khi nhiệt độ và thành phần dung dịch mạ kẽm trong phạm vi quy định, dùng mật độ dòng điện catôt cao, được lớp mạ tốt. Mật độ dòng điện catôt thấp hoặc quá cao đều ảnh hưởng không tốt đối với lớp mạ.

(4) Tạp chất

a) Cl⁻, NO⁻, CrO₄⁻²

Đều ảnh hưởng rõ rệt đối với dung dịch. Khi đạt đến hàm lượng nhất định, hiệu suất dòng điện giảm. Ở mật độ dòng điện thấp không có lớp mạ, có thể loại bỏ bằng cách điện phân với mật độ dòng điện nhỏ. Tạp chất Cu²⁺, Pb²⁺, Fe²⁺ tích lũy trong dung dịch với hàm lượng nhất định làm cho lớp mạ tối, đen, có vết, khả năng phân bố giảm, ở biên lớp mạ cháy. Phương pháp xử lý: cho vào dung dịch Na₂S 1 – 3 g/l để sinh thành hợp chất sunfua kết tủa.

b) Tạp chất hữu cơ

Tạp chất hữu cơ nhiều, lớp mạ có nhiều lỗ xốp, độ giòn tảng, sau khi thụ động bề mặt có dạng sương mù. Những chất phân hủy hữu cơ, có thể dùng than hoạt tính hấp thụ, để loại bỏ.

(c) Cần không chế tốt tỷ số giữa nồng độ kẽm và kiềm

Thông thường không chế tỷ lệ Zn : NaOH = 1 . (11 – 13).

4. Pha chế dung dịch mạ kẽm Zincat 4

(1) Cho NaOH cần thiết vào trong bể mạ, cho nước đến 1/3 thể tích bể, khuấy đều cho NaOH hòa tan hết;

(2) Trong bể khác, cho một ít nước vào trong ZnO, thành dạng hồ đặc, vừa khuấy vừa cho dần dần ZnO vào trong NaOH nóng, đến khi hòa tan hoàn toàn. Sau đó cho nước đến mức quy định;

(3) Để nguội dung dịch, cho 1 – 3 g bột kẽm vào trong hũ, khuấy 30 phút. để yên 4 – 6 giờ rồi lọc;

(4) Cho chất làm bóng, khuấy đều, điện phân với dòng điện nhỏ $0,1 - 0,5 \text{ A/dm}^2$. ma thử.

5. Duy trì dung dịch và khử tạp chất

(1) Duy trì dung dịch

– Cân định kỳ phân tích dung dịch. Thông thường một tuần phân tích một lần. Bảo đảm tỷ lệ Zn : NaOH vào khoảng 1:10 (theo trọng lượng).

– Nhiệt độ dung dịch phải đảm bảo trong phạm vi quy định.

– Sau mỗi ngày làm việc phải lấy vật rơm trong hũ mạ, để phòng tạp chất sắt làm bẩn dung dịch.

– Mỗi năm phải khử Na_2CO_3 một lần.

(2) Khử tạp chất

a) Tạp chất đồng

Tạp chất đồng làm lớp mạ thô, không bóng, có thể khử bằng cách sau:

– Điện phân với mật độ dòng điện nhỏ: $0,1 - 0,2 \text{ A/dm}^2$.

– Phương pháp hóa học: Cho $0,5 - 1 \text{ g/l}$ bột kẽm.

b) Tạp chất chì

Tạp chất chì trong dung dịch làm cho lớp mạ đen, tối. Cho $0,1 - 0,2 \text{ g/l}$ Na_2S để sinh thành PbS kết tủa.

c) Tạp chất gốc crommat, gốc nitrat

Làm cho khả năng phân bố kẽm, có khi không tạo được lớp mạ. Phương pháp khử đi là: khử gốc nitrat bằng cách điện phân với mật độ dòng điện nhỏ.

d) Tạp chất hữu cơ

Tạp chất hữu cơ quá lượng làm cho lớp mạ giòn, độ bám chắc không tốt. Phương pháp khử: cho $1 - 3 \text{ ml/l}$ H_2O_2 khuấy đều trong 30 phút. cho $3 - 5 \text{ g/l}$ than hoạt tính, khuấy 1 giờ. để yên 8 – 12 giờ rồi lọc.

e) Tạp chất Na_2CO_3

Hàm lượng Na_2CO_3 vượt quá 50 g/l , độ dẫn điện giảm, tốc độ kết tủa thấp. Phương pháp tốt nhất khử Na_2CO_3 là làm lạnh dung dịch để hình thành Na_2CO_3 kết tủa.

g) Xử lý tổng hợp tạp chất

Chất xử lý tổng hợp có thể xử lý Cu^{+2} , Pb^{+2} , Cr^{-6} , Fe^{+2} và tạp chất hữu cơ có bán ở thị trường

6. Sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục

Những sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục xem bảng 6 – 4.

Bảng 6 – 4. Sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Khả năng phân bố kẽm	1. Chất phụ gia không đủ; 2. Kẽm cao, kiềm thấp, tỷ lệ không đúng; 3. Mật độ dòng điện nhỏ.	1. Bổ sung chất phụ gia; 2. Phân tích điều chỉnh; 3. Nâng cao mật độ dòng điện.
Lớp mạ thô	1. Mật độ dòng điện cao; 2. Chất phụ gia không đủ; 3. Nhiệt độ thấp, dòng điện lớn.	1. Giảm mật độ dòng điện; 2. Bổ sung chất phụ gia; 3. Nâng cao nhiệt độ, giám dòng điện.
Độ bóng kẽm	1. Tạp chất kim loại nhiều; 2. Chất làm bóng ít; 3. Nhiệt độ dung dịch cao.	1. Xử lý bằng Na ₂ S hoặc bột kẽm; 2. Bổ sung chất làm bóng; 3. Làm nguội dung dịch.
Lớp mạ giòn, rỗ	1. Xử lý bề mặt không tốt; 2. Chất làm bóng nhiều; 3. Tạp chất hữu cơ nhiều.	1. Tăng cường xử lý bề mặt; 2. Xử lý bằng than hoạt tính hoặc làm loãng dung dịch; 3. Xử lý bằng than hoạt tính.
Tốc độ kết tua chậm	1. Hام lượng Zn thấp; 2. Mật độ dòng điện nhỏ; 3. Nhiệt độ thấp.	1. Bổ sung ZnO, tăng anot kẽm; 2. Nâng cao mật độ dòng điện; 3. Nâng cao nhiệt độ đến phạm vi quy định.
Lớp mạ đèn có vết	Tạp chất kim loại nhiều	Điện phân dòng điện nhỏ hoặc xử lý bằng bột kẽm.

III. MẠ KẼM DUNG DỊCH XIANUA

Mạ kẽm trong dung dịch xianua, khả năng phân bố tốt, lớp mạ kết tinh mịn, bóng, dung dịch ổn định, dễ duy trì và khống chế, không ăn mòn sắt thép. Nhưng dung dịch xianua rất độc, ảnh hưởng đến sức khỏe con người, gây ô nhiễm môi trường, cần có thiết bị hút độc tốt.

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ xem bảng 6 – 5.

Bảng 6 – 5. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>
ZnO	9 – 19	20 – 25
NaCN	11 – 26	45 – 50
NaOH	76 – 81	70 – 80
Chất làm bóng HT (ml/l)	6 – 8	
Chất làm bóng Z _B ATZ (ml/l)		10
Nhiệt độ (°C)	21 – 40	20 – 40
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	0,2 – 2,5	1 – 3
Anot	Tấm kẽm	Tấm kẽm

2. Tác dụng các thành phần

(1) ZnO

ZnO cung cấp ion kẽm trong dung dịch. Hàm lượng ZnO cần tương ứng với hàm lượng NaCN và NaOH. Tỷ lệ của chúng là: NaCN (tổng)/Zn = 2 – 3,2; NaOH/Zn = 2 – 2,5. Tỷ số trên thay đổi theo điều kiện khí hậu, khi nhiệt độ cao, tỷ số NaCN/Zn cần cao. NaOH/Zn cần thấp. Khi nhiệt độ thấp, NaCN/Zn cần thấp, NaOH/Zn cần cao. Khi hàm lượng NaCN và NaOH không đổi, hàm lượng Zn tăng, khả năng phân bố giảm, lớp mạ dày. Khi hàm lượng tương đối của kẽm ít, hiệu suất dòng điện giảm, tốc độ kẽt lùa giảm.

(2) NaCN

NaCN là chất tạo phüz, lượng dư thích hợp, có thể làm ổn định phüz, nâng cao phân cực catôt, nâng cao khả năng phân bố, lớp mạ kẽt tinh mịn, tăng sự hòa tan anot, để phòng anot thụ động hóa. Nhưng nếu NaCN quá nhiều, trên catôt thoát ra nhiều khí hidrô, hiệu suất dòng điện giảm. Nếu NaCN thấp, anot thụ động hóa, lớp mạ thô.

(3) NaOH

NaOH để phòng muối kẽm thủy phân, làm ổn định dung dịch mạ, nâng cao độ dẫn điện, nâng cao khả năng phân bố và hiệu suất dòng điện, tăng độ bám chắc lớp mạ. Nhưng nếu hàm lượng NaOH quá cao, sẽ sinh ra lớp mạ dạng bọt biển, còn nếu sử dụng lượng NaOH thấp có thể làm giảm sự tiêu hao NaCN. Thông thường, phải khống chế NaOH/NaCN = 0,9 – 1. Như vậy, anot hòa tan tốt, nâng cao chất lượng lớp mạ và hiệu suất dòng điện.

(4) Chất phụ gia

Chất phụ gia có thể loại bỏ tạp chất kim loại nặng, lớp mạ bóng, mịn, đồng đều.

(5) Nhiệt độ dung dịch

Thông thường nhiệt độ không vượt quá 40°C, nếu không sẽ làm tăng nhanh sự phân huỷ NaCN, làm giảm phân cực catôt và khả năng phân bố.

(6) Mật độ dòng điện

Thông thường mật độ dòng điện là $1 - 3 \text{ A/dm}^2$. Mật độ dòng điện thấp, tốc độ kết tủa chậm, mật độ dòng điện cao, lớp mạ khô, cháy.

(7) Anôt

Dùng anôt cán để làm giảm bùn anôt rơi vào dung dịch, dùng vải bao anôt.

3. Duy trì và khử tạp chất trong dung dịch xi'anua

(1) Duy trì dung dịch

a) Anôt là tấm kẽm cán, để làm giảm bùn anôt, dùng vải bao anôt để phòng bùn anôt rơi vào dung dịch.

b) Các thành phần chủ yếu của dung dịch, mỗi tuần phân tích một phần và kịp thời điều chỉnh.

c) Trước khi cho chất phụ gia vào bể mạ, cán làm loãng bằng nước với thể tích gấp 5 – 10 lần, khuấy đều, cho theo nguyên tắc: cho ít và cho nhiều lần.

d) Mỗi năm khử muối cacbonat một lần. Phương pháp xử lý như phương pháp xử lý dung dịch mạ tinh kiềm.

(2) Khử tạp chất

– Tạp chất kim loại nặng: Tạp chất Fe^{+2} , Pb^{+2} , Cd^{+2} tích luỹ nhiều làm lớp mạ khô, đen, chịu ăn mòn kém.

Phương pháp xử lý: Cho vào dung dịch mạ $1 - 2 \text{ g/l Na}_2\text{S}$ để tạo thành kết tủa hợp chất lưu huỳnh.

– Tạp chất hữu cơ: Trong điều kiện thông gió, cho vào $1 - 2 \text{ g/l}$ than hoạt tính, khuấy đều 30 phút đến 1 giờ, để yên $12 - 24$ giờ, lọc.

4. Pha chế dung dịch mạ kẽm xi'anua

a) Cần cứ vào thể tích bể mạ, tính toán số lượng các loại hóa chất cho vào bể.

b) Cho NaCN và NaOH vào trong bể, cho nước đến $1/3$ thể tích quy định, khuấy đều cho hòa tan hết.

c) Cho ít nước vào ZnO khuay thành dạng hồ, vừa khuấy vừa cho dần dần ZnO vào trong dung dịch NaOH nóng, để hòa tan hoàn toàn.

d) Lọc dung dịch, bổ sung đến thể tích quy định, khuấy đều, điện phân với mật độ dòng điện nhỏ, thời gian $3 - 4$ giờ, cho các chất phụ gia, mạ thử.

5. Những sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục

Những sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục xem bảng 6 – 6.

Bảng 6 – 6. Những sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Lớp mạ giàn	Tạp chất hữu cơ nhiều:	Điện phân hoặc xử lý bằng than hoạt tính;
Khả năng phân bố kém	1. Hàm lượng Zn^{2+} cao; 2. Hàm lượng NaCN và NaOH thấp; 3. Nhiệt độ dung dịch cao.	1. Dùng anot không hòa tan hoặc làm giảm tấm anot; 2. Bổ sung NaCN và NaOH; 3. Giảm nhiệt độ dung dịch.
Hiệu suất dòng điện giảm, độ bám chắc kém, thoát hydro nhiều	1. Zn^{2+} thấp; 2. NaCN cao; 3. NaOH thấp; 4. Mật độ dòng điện cao.	1. Phân tích điều chỉnh; 2. Phân tích điều chỉnh; 3. Phân tích điều chỉnh; 4. Giảm mật độ dòng điện.
Lớp mạ thô, tối	1. Zn^{2+} cao; 2. NaOH thấp; 3. Mật độ dòng điện cao.	1. Dùng anot không hòa tan; 2. Tăng hàm lượng NaCN; 3. Giảm mật độ dòng điện.
Anot thụ động	Diện tích anot nhỏ, NaCN thiếu	Tăng diện tích anot và hàm lượng NaCN
Thành bể có kết tinh trắng	Na_2CO_3 nhiều	Chuyển dung dịch sang bể khác kết tinh Na_2CO_3

IV. MẠ KẼM DUNG DỊCH MUỐI SUNPHAT

Đặc điểm mạ trong dung dịch muối sunfat là giá thành thấp, hiệu suất dòng điện cao, tốc độ kết tủa nhanh, ít độc. Nhược điểm là khả năng phân bố kém, lớp mạ kết tinh thô, chỉ thích hợp để mạ dây thép, dày dai và vật đúc v.v. Dung dịch ăn mòn thiết bị.

1. Thành phần dung dịch và chế độ làm việc

Thành phần và chế độ làm việc mạ kẽm dung dịch muối sunfat xem bảng 6 – 7.

Bảng 6 – 7. Thành phần dung dịch và chế độ làm việc mạ kẽm muối sunfat

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3
$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$	215	250 – 300	200 – 400
$Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$	20	1 – 2	
$KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$	45 – 50		
$Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$	50 – 160	250	30 – 40
$C_{12}H_22(OH)_2$		2 – 3	
H_3BO_3		15 – 20	20 – 30
$C_6H_{10}O_6$	10		
$C_6H_{12}O_6$		2 – 3	
pH	3,8 – 4,4	4,5 – 5,5	4,5 – 5,5
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	Thường	Thường	20 – 50
Mật độ dòng điện (A/dm^2)	1 – 2	1 – 2	4 – 10
Chất làm bóng mạ kẽm sunfat (m/l)			14 – 18

Chú ý: – Pha chế 1: Mạ kẽm quay.

– Pha chế 2: Mạ kẽm đúc.

– Pha chế 3: Mạ kẽm bóng.

2. Tác dụng các thành phần dung dịch

(1) $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ là thành phần chính của dung dịch, cung cấp ion kẽm, không chè hàn lượng trong khoảng 200 – 400 g/l. Khi mạ quay hoặc mạ dây và dây dai, trên những thiết bị truyền dẫn, khi dùng mật độ dòng điện cao có thể nâng cao hàm lượng $ZnSO_4$, nhưng không vượt quá 500 g/l. Nếu hàm lượng quá cao, lớp mạ kết tinh thô, khi hàm lượng quá thấp có hiện tượng thoát H_2 , lớp mạ có nhiều lỗ xốp.

(2) $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ và $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

Là chất đệm, làm ổn định độ pH trong dung dịch.

(3) $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$

Là muối dẫn điện có tác dụng nâng cao độ dẫn điện trong dung dịch.

(4) $C_6H_{10}O_5$, $C_6H_{12}O_6$, $C_{10}H_8(SO_3Na_3)_2$

Đều là chất phụ gia, làm tăng phản ứng cực catôt, cải thiện khả năng phân bố của dung dịch.

3. Ảnh hưởng của chế độ công nghệ

(1) Nhiệt độ

Thông thường không chế nhiệt độ trong khoảng 10 – 35°C, nâng cao nhiệt độ làm lớp mạ tối. Khi không có các chất phụ gia hữu cơ, có thể nâng cao nhiệt độ đến 50°C để nâng cao độ dẫn điện dung dịch.

(2) Mật độ dòng điện catôt

Độ lớn của mật độ dòng điện phụ thuộc vào nhiệt độ, sự khuấy của các thành phần dung dịch, hình dáng và kích thước chi tiết. Khi hàm lượng muối kẽm trong khoảng 215 – 300 g/l, mật độ dòng điện trong khoảng 0,5 – 2 A/dm². Khi hàm lượng muối kẽm trong khoảng 430 – 500 g/l và khuấy bằng không khí nén, mật độ dòng điện có thể nâng cao đến 10 A/dm².

(3) Giá trị pH

Thông thường không chế pH = 3,5 – 4,5, khi mạ kẽm đúc có thể nâng cao pH một chút. Khi pH lớn hơn 6,2 – 6,5 sẽ thoát ra $Zn(OH)_2$ bám vào lớp mạ, làm cho lớp mạ rời, có nhiều lỗ xốp.

(4) Những sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục

Những sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục xem bảng 6 – 8.

Bảng 6 – 8. Những sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Lớp mạ tối, kết tinh thô	Mật độ dòng điện cao	Giảm mật độ dòng điện
Trong dung dịch hình thành dạng sợi	Hàm lượng $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ thấp	Phân tích và điều chỉnh $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
Chì tiết sau khi sấy có điểm sương trắng	Sau khi mạ rửa không sạch	Tăng cường rửa lớp mạ.

V. MẠ KẼM DUNG DỊCH MUỐI KALI CLORUA

Ưu điểm: Mạ kẽm dung dịch muối KCl không độc, thành phần đơn giản, ổn định, giá thành thấp, hiệu suất dòng điện cao, kết tủa nhanh, hiệu quả cao; có thể mạ các chi tiết là thép đúc, thép cacbon cao, lớp mạ bóng, mịn.

Nhược điểm: Dung dịch ăn mòn thiết bị, lớp thụ động có màu dễ biến màu, độ bền phun muối không bằng lớp mạ kẽm dung dịch kiềm. Những phạm vi ứng dụng công nghệ này cao hơn 4 loại công nghệ kể trên.

1. Pha chế dung dịch và chế độ công nghệ mạ kẽm KCL

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ xem bảng 6 – 9.

Bảng 6 – 9. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	Mạ kẽm quay	Mạ treo	Mạ treo
ZnCl_2	40 – 50	60 – 100	60 – 80
KCl	200 – 230	200 – 230	180 – 220
H_3BO_4	20 – 30	20 – 30	25 – 30
Chất làm mềm CZ – 3A	15 – 20	20 – 25	
Chất làm bóng CZ – 3B	0,5 – 1	1 – 2	
Z_85 (ml/l)			15 – 20
pH	4,8 – 5,6	4,8 – 5,6	4,5 – 5,5
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	20 – 50	20 – 50	30 – 45
Mật độ dòng điện (A/dm^2)	0,5 – 0,8	1 – 5	0,8 – 3

2. Tác dụng các thành phần dung dịch

(1) KCl

KCl là muối dẫn điện trong dung dịch và là nguồn tạo phức với ion kẽm. Khi có nhiều ion clo tồn tại, có thể tạo phức với ion kẽm ở dưới dạng sau: $[\text{ZnCl}_3]^{+1}$, $[\text{ZnCl}_4]^{-1}$, $[\text{ZnCl}_6]^{4-}$. Hàm lượng ion kẽm thấp, hàm lượng ion clo cao có thể nâng cao khả năng phân bố của dung dịch, nâng cao phản ứng catot. Khi hàm lượng KCl quá cao, vé múa

đồng nhiệt độ thấp, có thể kết tinh làm giảm khả năng phân bố dung dịch. Khi pha chế dung dịch mới, cần phải xử lý bằng bột kẽm và than hoạt tính.

(2) $ZnCl_2$

Là muối chính trong dung dịch. Khi hàm lượng $ZnCl_2$ cao có thể nâng cao mật độ dòng điện, nhưng khả năng phân bố thấp. Khi hàm lượng $ZnCl_2$ thấp, dùng mật độ dòng điện cao dễ bị cháy, khả năng phân bố tốt. Công nghệ mạ kẽm muối KCl thường không chế hàm lượng $ZnCl_2$ trong khoảng 50 – 80 g/l, công nghệ mạ kẽm muối NaCl, hàm lượng $ZnCl_2$ trong khoảng 50 – 70 g/l.

(3) H_3BO_3

Có tác dụng đậm, không chế ổn định đồ pH trong phạm vi quy định.

(4) Chất làm bóng

Có tác dụng nâng cao phân cực catôt, lớp mạ kết tinh mịn, độ bóng cao.

3. Ảnh hưởng của điều kiện công nghệ

(1) Nhiệt độ dung dịch

Khi nhiệt độ thấp hơn 10°C, mật độ dòng điện giảm, nâng cao nhiệt độ dung dịch, có thể nâng cao mật độ dòng điện. Khi nhiệt độ cao quá 35°C, lớp mạ bóng, khả năng phân bố giảm.

(2) Mật độ dòng điện catôt

Khi các thành phần dung dịch trong phạm vi quy định, mật độ dòng điện trong khoảng 1,5 – 2 A/dm². Khi mật độ dòng điện quá cao, lớp mạ có chất làm bóng nhiều, làm tăng tính giòn, màng thụ động dễ biến màu, nếu như thụ động hóa màu trắng có thể nâng cao mật độ dòng điện, nếu lớp mạ yêu cầu cao khi thụ động có màu cần phải giảm mật độ dòng điện để làm giảm nồng độ ứng lực và nâng cao tính bền ăn mòn của lớp mạ.

(3) Giá trị pH

Khi pH > 6, sinh ra kết tủa $Zn(OH)_2$, lớp mạ có vết màu đen. Khi pH < 3, hiệu suất dòng điện và khả năng phân bố giảm. Trong sản xuất, khi pH > 6 có thể điều chỉnh bằng HCl 5% – 10%.

4. Pha chế dung dịch

(1) Cho nước vào trong 3/4 bể mạ, giữ nhiệt 50°C – 60°C, cho KCl, $ZnCl_2$ theo số lượng tính toán, khuấy hòa tan hoàn toàn.

(2) Cho H_3BO_3 theo số lượng tính toán vào trong bể khác, giữ nhiệt sôi, khuấy đều đến khi hòa tan hoàn toàn, đổ vào dung dịch bể mạ.

(3) Cho nước đến thể tích yêu cầu, cho 1 g/l bột kẽm, khuấy 1 giờ, để lắng 2 giờ.

(4) Pha loãng chất làm bóng gấp 5 – 10 lần thể tích, khi dung dịch giảm xuống 20 – 30°C vừa khuấy vừa cho vào dung dịch.

(5) Điện phân với mật độ dòng điện nhỏ 0,1 – 0,2 A/dm², sau khi mạ thử, rồi đưa vào sản xuất.

5. Bảo vệ và khử tạp chất dung dịch mạ kẽm ZnCl₂

(1) Bảo vệ dung dịch

a) KCl tương đối ổn định trong dung dịch mạ kẽm. Thành phần chủ yếu là KCl, ZnCl₂, H₃BO₃ mỗi tuần phân tích một lần, giá trị pH mỗi ngày xác định một lần.

b) KCl có tính axit yếu trong dung dịch mạ kẽm, không có tác dụng tẩy dầu, cần phải tăng cường xử lý tẩy dầu trước khi mạ, cần phải tẩy dầu triệt để, để tránh lớp mạ không bám chắc với kim loại nén, gây bong, nổi bọt.

c) Hàng ngày phải lấy chí tiết rơi vào trong bể mạ, để phòng tạp chất kim loại khác vào bể mạ. Móc treo đồng dương cực không cho ngập vào dung dịch mạ.

(2) Khử tạp chất

a) Khử tạp chất đồng

Đồng sinh ra khi dùng dương cực kẽm không tinh khiết và móc treo đồng hòa tan vào dung dịch. Phương pháp xử lý: điện phân với mật độ dòng điện thấp 0,1 – 0,2 A/dm². Khi hàm lượng cao, xử lý bằng cách cho 1 – 2 g/l bột kẽm, khuấy đều trên 30 phút, để yên 2 giờ rồi lọc.

b) Tạp chất chì

Khi hàm lượng tạp chất chì trong dung dịch cao, ở chỗ mật độ dòng điện thấp thậm chí không có lớp mạ. Phương pháp xử lý: cho H₂O₂ (30%) 0,2 – 0,5 ml/l, làm loãng 5 – 10 lần thể tích, vừa khuấy vừa cho vào bể mạ. Dùng NaOH 10% để điều chỉnh pH = 6 – 8, gia nhiệt dung dịch 60°C, để yên 4 – 8 giờ rồi lọc.

c) Tạp chất hữu cơ

Sự tích lũy chất phụ gia sẽ làm bẩn dung dịch mạ, làm giảm khả năng phân bố, lớp mạ mờ không bóng. Phương pháp xử lý tạp chất hữu cơ: cho H₂O₂ (30%) 0,3 – 0,5 ml/l, pha loãng gấp 10 lần thể tích, cho 1 – 3 g/l than hoạt tính, khuấy 1 giờ, để yên 4 – 8 giờ rồi lọc.

d) Xử lý tổng hợp tạp chất

Trên thị trường có bán chất xử lý làm sạch dung dịch mạ kẽm muối kali, có thể xử lý tạp chất Cu⁺², Pb⁺²; Fe⁺³ v.v. và tạp chất hữu cơ.

6. Những sự cố và phương pháp khắc phục

Những sự cố và phương pháp khắc phục, xem bảng 6 – 10.

Bảng 6 – 10. Những sự cố và phương pháp khắc phục

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Khả năng phản bối xấu	1. Hàm lượng kẽm cao; 2. Hàm lượng KCl thấp.	1. Phân tích điều chỉnh; 2. Phân tích điều chỉnh.
Màng thu động có màu dễ biến màu, màng thu động màu trắng dễ biến đen.	1. Chất làm bóng quá nhiều; 2. Xử lý bề mặt lớp mạ không sạch; 3. Mật độ dòng điện cao.	1. Giảm lượng dung chất làm bóng; 2. Tăng cường rửa sau khi thu động hóa; 3. Giảm mật độ dòng điện.
Bề mặt lớp mạ có vết, tối	1. Tỷ lệ làm bóng không đúng; 2. Dương cực kẽm không tinh khiết; 3. Tụt chất kim loại cao.	1. Điều chỉnh tỷ lệ chất làm bóng; 2. Thay dương cực kẽm hợp quy cách; 3. Cho bột kẽm hoặc than hoạt tính.
Lớp mạ thô	1. Hàm lượng KCl thấp. 2. pH cao. 3. Thiếu chất làm bóng	1. Phân tích điều chỉnh hàm lượng KCl; 2. Điều chỉnh bằng HCl 5 – 10%. 3. Bổ sung chất làm bóng.
Lớp mạ có vết hoa	1. Xử lý trước khi mạ không tốt; 2. Tụt chất hữu cơ nhiều.	1. Tăng cường xử lý bề mặt trước khi mạ; 2. Tiến hành xử lý dung dịch.

VI. THỦ ĐỘNG HÓA

Chi tiết sau khi mạ kẽm ta tiến hành xử lý hóa học trong điều kiện nhất định, làm cho bề mặt lớp mạ hình thành lớp màng mỏng kin khít, tính ổn định hóa học cao, công nghệ này gọi là thủ động hóa. Lớp màng mỏng hình thành gọi là lớp màng thủ động hóa, lớp màng thủ động không những nâng cao năng lực chống gi, mà còn làm cho bề mặt bóng đẹp. Công nghệ thủ động hóa có màu (nồng độ thấp, nồng độ trung bình, nồng độ cao), thủ động màu trắng, thủ động màu đen v.v.

1. Thủ động có màu

(1) Điều kiện thủ động hóa có màu nồng độ thấp

Xem bảng 6 – 11.

Bảng 6 – 11. Điều kiện thủ động hóa có màu nồng độ thấp

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4
CrO ₃	5	5	3	3 – 5
HNO ₃ (1,41)	3 ml/l	3 ml/l		
H ₂ SO ₄ (1,84)	0,4 ml/l	0,3 ml/l		
NaNO ₃			3	
KMnO ₄	0,1			
CH ₃ COOH		5		
NiSO ₄ ·7H ₂ O	1			
ZnSO ₄ ·7H ₂ O				1 – 2
Na ₂ SO ₄			1	
pH	0,8 – 1,3	0,8 – 1,3	1,6 – 1,9	1 – 2
Nhiệt độ (°C)	Thường	Thường	Thường	Thường
Thời gian (giây)	3 – 7			

Chú ý: Pha chế 3: Dùng cho dày chuyên tự động.

Pha chế 4: Dùng dịch mới dùng H_2SO_4 để điều chỉnh.

(2) Điều kiện công nghệ thụ động hóa nóng độ cao

Xem bảng 6 – 12.

Bảng 6 – 12. Điều kiện công nghệ thụ động hóa nóng độ cao

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	Dung dịch muối Bicromat	Dung dịch thụ động nóng độ cao		
		1	2	3
CrO ₃		150 - 180	180 - 250	250 - 300
HNO ₃ (1,41)		10 - 15	30 - 35	30 - 40
H ₂ SO ₄ (1,84)	8 - 10	5 - 10	5 - 10	15 - 20
Na ₂ Cr ₂ O ₇	180 - 200			
Nhiệt độ	Thường	Thường	Thường	Thường
Thời gian (giây)	trong dung dịch	5 - 10	10 - 15	5 - 15
	trong không khí		5 - 10	5 - 10

2. Điều chỉnh và duy trì thụ động

(1) Dung dịch thụ động pha mới thiếu Cr⁺³ cần phải cho bột kẽm hoặc sắt hai sunfat để khử Cr⁺⁶ thành Cr⁺³. Hàm lượng bột kẽm 2 – 3 g/l, FeSO₄ 4 – 5 g/l.

(2) Khi thụ động, màng tạo thành chậm, có thể bổ sung CrO₃ hoặc H₂SO₄. Hàm lượng H₂SO₄ cao, lớp màng dễ bong, xốp.

(3) Độ bóng màng thụ động kém cần bổ sung HNO₃, nhưng hàm lượng HNO₃ quá cao khiến cho lớp màng mỏng, độ bám chắc kém.

(4) Cho KMnO₄ hoặc CH₃COOH có thể nâng cao độ bám chắc và tính chống gi.

(5) Dung dịch thụ động hóa nóng độ thấp, phải không chế pH trong phạm vi quy định. Khi pH lên cao, không dùng H₂SO₄ để điều chỉnh, có thể dùng HNO₃ hoặc HCl để điều chỉnh.

3. Thụ động màu trắng

Điều kiện công nghệ thụ động hóa màu trắng, nóng độ thấp xem bảng 6 – 13.

Bảng 6 – 13. Điều kiện công nghệ thụ động hóa màu trắng, nóng độ crôm thấp

Thành phần và chế độ	CrCl ₃	CrO ₃	NaF	HNO ₃ (1,41)	H ₂ SO ₄ (1,84)	Nhiệt độ	Thời gian (giây)	
							Dung dịch	Không khí
Hàm lượng	2 – 5 g/l	2 – 5 g/l	2 – 4 g/l	25 – 35 ml/l	10 – 15 ml/l	Thường	2 – 10	5 – 15

Chú ý: Khi pha dung dịch mới cho CrCl₃, về sau trong quá trình sản xuất không cần cho. Trước khi thụ động màu trắng cần phải tẩy bong. Sau khi thụ động, cần bịt lỗ trong dung dịch CrO₃ 0,2 g/l – 0,5 g/l, nhiệt độ 60°C – 80°C, để nâng cao năng lực chống gi.

4. Thủ động màu đen

Điều kiện chế độ công nghệ thủ động màu đen xem bảng 6 – 14.

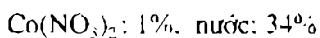
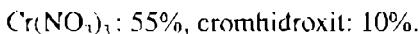
Bảng 6 – 14. Điều kiện chế độ công nghệ thủ động màu đen

<i>Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>
K_2SO_4	1,5 – 2	
CH_3COOH 36% (ml/l)	2	
K_2CrO_4	2 – 3	
$AgNO_3$	1,5 – 2	
775 (ml/l)		100 – 120
776 (ml/l)		100 – 120
pH	1,5 – 2	
Nhiệt độ (oC)	Thường	Thường
Thời gian (phút)	0,3 – 0,5	2 – 4

Chú ý: Dung dịch 775 và 776 là hỗn hợp của các dung dịch có thành phần pha chế 1, nhưng chỉ pha đặc lại thôi.

5. Thủ động hóa dung dịch crôm hóa trị ba

Khi thủ động trong dung dịch Cr^{+6} , dung dịch độc hại phải xử lý nước thải, để biến thành Cr^{+3} ít độc hại. Ngày nay, do sự tiến bộ của khoa học kỹ thuật, để bảo vệ môi trường, thường thủ động trong dung dịch Cr^{+3} . Thành phần dung dịch thủ động Cr^{+3} như sau:



Chương 7

MẠ ĐỒNG

Lớp mạ đồng là lớp trung gian cho những chi tiết là sắt thép, kẽm đúc, thường mạ đồng nikten, crôm, lớp đồng trung gian không có lõi xốp, nâng cao độ bền ăn mòn, độ bám chắc lớp mạ. Mạ đồng còn dùng để bảo vệ chi tiết khỏi bị thấm than trong quá trình nhiệt luyện. Mạ đồng dày trên thép để làm tăng độ dẫn điện và tiết kiệm nguyên liệu đồng, mạ đồng trên bạc để làm giảm ma sát.

Có nhiều loại dung dịch mạ đồng: dung dịch mạ đồng xianua, dung dịch mạ đồng sunfat, dung dịch mạ đồng piro phospat.

I. MẠ ĐỒNG DUNG DỊCH XIANUA

Ưu điểm của dung dịch mạ đồng xianua là: khả năng phân bố tốt, có tác dụng tẩy dau nhất định. Thành phần dung dịch mạ không có phản ứng trao đổi với sắt thép, có thể mạ trực tiếp đồng trên nền sắt thép hoặc kẽm đúc, lớp mạ bám chắc, lớp mạ kết tinh mịn, lõi xốp nhỏ, để phòng thấm than có hiệu quả, khi cho chất làm bóng có thể thu được lớp mạ bóng.

Nhược điểm của dung dịch là: dung dịch rất độc, dễ phân hủy thành muối cacbonat, phải xử lý nước thải để phá hủy xianua mới được thải ra ngoài.

1. Thành phần dung dịch và điều kiện công nghệ mạ đồng xianua

Thành phần dung dịch và điều kiện công nghệ mạ đồng xianua xem bảng 7 - 1.

Bảng 7 - 1. Thành phần dung dịch và điều kiện công nghệ mạ đồng xianua

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2
CuCN	8 - 35	30 - 50
NaCN	12 - 54	40 - 65
KNaC ₄ H ₄ O ₆ ·4H ₂ O		30 - 60
NaOH	2 - 10	10 - 20
Na ₂ CO ₃		20 - 30
Nhiệt độ (°C)	18 - 50	Thường
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	0,2 - 2	1 - 3

Chú ý: – Pha chế 1: Mạ đồng lót.

– Pha chế 2: Mạ đồng thông thường và mạ đồng chống thấm than.

2. Tác động các thành phần dung dịch

(1) NaCN

NaCN là chất tạo phức, trong dung dịch mạ đồng, NaCN có thể nâng cao phân cực catôt, làm cho lớp mạ kết tinh mịn, nâng cao khả năng phân bố. Khi hàm lượng CuCN nhất định, hàm lượng NaCN thấp, tác dụng phân cực catôt giảm đi, hiệu suất dòng điện cao, nhưng độ kết tinh thô, khả năng phân bố giảm. Khi hàm lượng NaCN quá cao, sự phân cực catôt tăng, khi H₂ thoát ra nhiều, phạm vi sử dụng mật độ dòng điện thu hẹp, tốc độ kết tinh giảm, thậm chí không có lớp mạ. Vì vậy, trong quá trình mạ cần phải bảo đảm hàm lượng NaCN tự do trong phạm vi nhất định, để loại trừ anôt thu động, làm anôt hòa tan bình thường. Hàm lượng NaCN tự do không chế trong phạm vi 7 – 20 g/l.

(2) CuCN

Trong dung dịch mạ đồng CuCN là muối chính cung cấp ion đồng. Trong dung dịch mạ đồng xianua, giữa đồng và sắt không có phản ứng trao đổi. Vì thế, có thể mạ trực tiếp đồng trên sắt thép trong dung dịch xianua, lớp mạ lót đồng trên sắt thép yêu cầu phủ kín bề mặt. Hàm lượng CuCN trong khoảng 5 – 10 g/l. Nếu như mạ đồng bình thường hoặc mạ đồng thâm than, yêu cầu lớp mạ có độ dày nhất định, phải khống chế hàm lượng CuCN trong phạm vi 30 – 50 g/l.

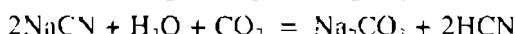
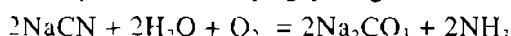
(3) NaOH

Trong dung dịch mạ đồng NaOH là chất dẫn điện, có tác dụng để phòng muối xianua thủy phân. Vì vậy, NaOH làm ổn định NaCN tự do trong dung dịch. Phản ứng như sau:



(4) Na₂CO₃

Trong dung dịch mạ đồng có lượng nhất định Na₂CO₃ có tác dụng làm ổn định dung dịch giống như NaOH. Khi pha chế mới cho Na₂CO₃ vào, trong quá trình sản xuất không được cho vào, bởi vì Na₂CO₃ dần dần tích lũy ngày càng nhiều. Phản ứng như sau:



Khi hàm lượng Na₂CO₃ vượt quá 60 g/l, anôt thu động, lớp mạ có dạng bọt biển. Vì vậy, Na₂CO₃ trở thành tạp chất. Phương pháp xử lý Na₂CO₃ quá nhiều có hiệu quả nhất là phương pháp làm lạnh.

(5) KNaC₄H₄O₆

Trong dung dịch mạ đồng xianua, KNaC₄H₄O₆ là chất hoạt hóa anôt, loại bỏ sự thu động anôt, và là chất tạo phức phụ trợ với đồng hóa trị một. Ngoài ra, nó còn có khả năng tạo phức với tạp chất kim loại, có tác dụng che lấp tạp chất kim loại trong dung dịch.

3. Ảnh hưởng của điều kiện công nghệ

(1) Nhiệt độ dung dịch

Nhiệt độ nâng cao, tốc độ vận động các ion tăng nhanh, hiệu suất dòng điện cao, tốc độ kết tinh nhanh. Thông thường, khi mạ đồng lót, nhiệt độ dung dịch trong khoảng 30 – 40°C. Khi mạ đồng dày và mạ nhanh, nhiệt độ dung dịch vào khoảng 50 – 65°C.

(2) Mật độ dòng điện

Độ lớn mật độ dòng điện trực tiếp ảnh hưởng đến chất lượng lớp mạ. Trong phạm vi công nghệ nhất định, mật độ dòng điện quá thấp, tốc độ kết tủa chậm. Lớp mạ không bóng, tối; mật độ dòng điện quá cao, lớp mạ thô, rời, bong.

4. Pha chế dung dịch đồng xianua

(1) Theo thể tích bể mạ, tính toán số lượng các thành phần hóa học cho vào bể mạ:

(2) Mặc quần áo bảo hộ lao động và trang bị những dụng cụ bảo hộ lao động cần thiết;

(3) Cho NaCN vào trong bể mạ, khuấy đều cho tan hoàn toàn;

(4) Cho CuCN vào trong thùng khác, cho một ít nước khuấy thành hỗn đặc, vừa khuấy vừa cho dần dần CuCN vào trong dung dịch NaCN đã hòa tan, đến khi hòa tan hoàn toàn;

(5) Làm loãng dung dịch mạ đồng xianua đến thể tích quy định;

(6) Lọc dung dịch, điện phân dung dịch với mật độ dòng điện thấp $0,1 - 0,5 \text{ A/dm}^2$ trong nhiều giờ, phân tích, điều chỉnh, mạ thử đạt yêu cầu, đưa vào sản xuất.

5. Bảo vệ dung dịch và khử tạp chất dung dịch mạ đồng xianua

(1) Bảo vệ dung dịch

a) Cần khống chế hàm lượng NaCN tự do trong phạm vi quy định. Độ lớn nhỏ hàm lượng NaCN tự do ảnh hưởng trực tiếp đến tính ổn định của dung dịch và chất lượng lớp mạ. Thông thường, màu dung dịch có màu vàng nhạt trong suốt. Nếu như trên vùng anot dung dịch có màu xanh da trời, chứng tỏ NaCN tự do không đủ, cần phân tích điều chỉnh.

b) Nhiệt độ dung dịch không được vượt quá giới hạn của quy trình công nghệ. Nếu nhiệt độ cao, sự phân hủy xianua nhanh, dung dịch không ổn định.

c) Hàm lượng Na_2CO_3 vượt quá 75 g/l , cần phải kịp thời loại bỏ.

(2) Khử tạp chất

a) Phương pháp khử tạp chất chi, kẽm

Gia nhiệt dung dịch đến 60°C . cho vào $0,2 - 0,4 \text{ g/l}$ Na_2S , khuấy đều 30 phút, cho $2 - 4 \text{ g/l}$ than hoạt tính, tiếp tục khuấy trong 2 giờ, để lắng 12 giờ rồi lọc.

b) Khử tạp chất Na_2CO_3

– Phương pháp làm lạnh: Thường tiến hành về mùa đông. Khi nhiệt độ -50°C , Na_2CO_3 kết tinh tách ra, lấy kết tủa đi.

– Phương pháp hóa học: Gia nhiệt dung dịch đến $70 - 80^\circ\text{C}$, vừa khuấy vừa cho dần dần $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Theo tính toán, nếu loại bỏ 10 g Na_2CO_3 cần 7g $\text{Ca}(\text{OH})_2$, để yên 1 – 2 giờ, lọc, điện phân dung dịch, có thể sản xuất bình thường.

6. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ đồng xianua

Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ đồng xianua xem bảng 7 – 2.

Bảng 7 – 2. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ đồng xi mạ

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Khí H ₂ thoát ra trên catôt nhiều	1. Hàm lượng NaCN cao; 2. Mật độ dòng điện lớn.	1. Bổ sung CuCN; 2. Giảm mật độ dòng điện.
Độ bám chìa kẽm, lớp mạ nồi bọt, bong	1. Tay dầu mờ không sạch, kim loại nén có dầu; 2. Nhiệt độ dung dịch thấp.	1. Tăng cường xử lý trước khi mạ; 2. Nâng cao nhiệt độ dung dịch.
Lớp mạ màu đỏ tối, gân aricot có màu xanh	Hàm lượng NaCN không đủ	Phân tích điều chỉnh bổ sung NaCN
Thành phần dung dịch bình thường, anot thụ động	Mật độ dòng điện anot lớn	Rửa anot làm tăng diện tích anot
Trên anot có màng màu đen, hàm lượng đồng giảm, lớp mạ thô rời.	Hàm lượng muối Na ₂ CO ₃ quá nhiều	Khử hàm lượng Na ₂ CO ₃ .

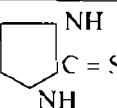
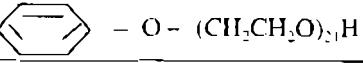
II. MẠ ĐỒNG DUNG DỊCH SUNFAT

Thành phần dung dịch mạ đồng sunfat đơn giản, dung dịch ổn định, khi làm việc không có khí độc hại. Dùng chất làm bóng hợp lý có thể thu được lớp mạ bóng, độ bền phẳng tốt. Dung dịch có khả năng phân bố kẽm, kết tinh không mịn. Chi tiết là sắt thép mạ đồng cần phải mạ lót.

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ, xem bảng 7 – 3.

Bảng 7 – 3. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng sunfat

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2
CuSO ₄ ·5H ₂ O	150 – 250	180 – 220
H ₂ SO ₄	45 – 110	50 – 70
S (CH ₃) ₂ N – C – S(CH ₃) ₃ SO ₃ Na		0,01
		0,003 – 0,008
Gốc metyl tím		0,01
C ₆ H ₅ –  – O – (CH ₂ CH ₂ O) ₂₁ H		1
Gốc Clo		0,02 – 0,08
Nhiệt độ (°C)	20 – 50	20 – 40
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	1 – 3	1 – 6

2. Tác dụng các thành phần dung dịch

(1) $CuSO_4$ và H_2SO_4

$CuSO_4$ là muối chính cung cấp ion đồng, hàm lượng thích hợp trong khoảng 180 – 190 g/l. Hàm lượng $CuSO_4$ thấp, sử dụng mật độ dòng điện thấp, độ bóng giảm, lớp mạ có nhiều lỗ xốp. Hàm lượng cao, vì muda đồng có thể kết tinh $CuSO_4$ trên thành, dưới đáy bể hoặc ở cực anode.

H_2SO_4 có tác dụng nâng cao độ dẫn điện và nâng cao phân cực catot. Hàm lượng H_2SO_4 cao, làm khả năng phân bố tốt, dung dịch ổn định. Hàm lượng H_2SO_4 thấp, trên anode sinh thành Cu_2+ , sau khi thủy phân sinh thành bột đồng hóa trị một, tạo nên lớp mạ gai. Vì vậy, phải khống chế H_2SO_4 trong khoảng 50 – 70 g/l.

(2) Ion Clo

Trong dung dịch mạ đồng bóng, lượng ion clo thích hợp có thể nâng cao độ bóng và độ bằng phẳng, làm giảm ứng suất nén. Phải khống chế ion clo trong khoảng thích hợp, nếu hàm lượng cao, độ bóng lớp mạ giảm đi, nếu thấp quá, lớp mạ không bằng phẳng.

(3) Tác dụng chất làm bóng

Chất làm bóng dung dịch mạ đồng sunfat gồm hai loại: Loại thứ nhất có tác dụng làm bằng phẳng và làm bóng. Loại thứ hai là loại chất hoạt động bề mặt loại ion âm và phi ion, có tác dụng thẩm ướt bể mặt catot, loại bỏ chàm kim, đồng thời có tác dụng hấp phụ sắp xếp định hướng giữa bề mặt catot và dung dịch, nâng cao phân cực catot, làm cho lớp mạ kết tinh mịn đồng đều, nâng cao độ bằng phẳng và độ bóng lớp mạ.

3. Ảnh hưởng của chế độ công nghệ

(1) Nhiệt độ

Trong quá trình mạ, nâng cao nhiệt độ, tốc độ kết tủa nhanh, lượng tiêu hao chất làm bóng nhanh, nếu không bổ sung kịp thời chất làm bóng thì lớp mạ thô, không bóng. Nhiệt độ thấp, phạm vi sử dụng mật độ dòng điện thu hẹp, ảnh hưởng độ bóng lớp mạ.

(2) Mật độ dòng điện

Khi mạ đồng bóng, phạm vi sử dụng mật độ dòng điện để thu được lớp mạ bóng rộng, nhưng mật độ dòng điện quá lớn, lớp mạ thô, mật độ dòng điện qua nhỏ, độ bóng lớp mạ kém.

(3) Khuấy

Khuấy có thể nâng cao độ bóng lớp mạ, bảo đảm dung dịch ổn định, nâng cao mật độ dòng điện và tốc độ kết tủa.

(4) Pha chế dung dịch mạ đồng

a) Cân cứ vào thể tích bể mạ, tính toán các loại hóa chất cho vào bể;

b) Cho nước vào 1/2 bể, cho CuSO_4 công nghiệp cấp I vào bể, gia nhiệt khuấy đều để hòa tan hoàn toàn;

c) Cho H_2SO_4 tinh khiết vào trong bể, vừa cho vừa khuấy;

d) Cho các chất phụ gia, chất làm bóng;

d) Bổ sung nước đến mức quy định, khuấy đều;

e) Điện phân với mật độ dòng điện thấp $0,3 - 0,5 \text{ A/dm}^2$ trong nhiều giờ, mạ thử.

5. Bảo vệ dung dịch và ảnh hưởng tạp chất

(1) Bảo vệ dung dịch

a) Phân tích các thành phần dung dịch mỗi tuần một lần, căn cứ vào kết quả phân tích kịp thời điều chỉnh hàm lượng các thành phần trong phạm vi quy định.

b) Bổ sung chất làm bóng, được tính toán bởi thời gian, dòng điện mạ và điện tích bể mặt chi tiết, theo nguyên tắc cho ít, nhiều lần. Khi cho chất làm bóng phải pha loãng gấp 5 – 10 lần thể tích, vừa cho vừa khuấy, đến khi hòa tan hoàn toàn trong bể mạ.

c) Mỗi quý xử lý làm sạch dung dịch một lần. Phương pháp xử lý làm sạch: cho H_2O_2 (30%) 1 – 3 ml/l, khuấy đều, tăng nhiệt $50 - 60^\circ\text{C}$, khuấy 1 giờ. Sau đó, cho 3 – 5 g/l than hoạt tính, khuấy đều 1 giờ, để yên 12 giờ rồi lọc. Điện phân với mật độ dòng điện nhỏ, thời gian 4 giờ, phân tích và điều chỉnh thành phần trong phạm vi quy định. Bổ sung chất làm bóng theo kết quả thí nghiệm nhỏ.

(2) Khử tạp chất

a) Cu^{+1}

Cho H_2O_2 (30%) 1 – 2 ml/l, khuấy đều 0,5 – 1 giờ. Điện phân mật độ dòng điện nhỏ, thời gian 1 – 2 giờ, có thể sản xuất bình thường.

b) Tạp chất kim loại khác

Những kim loại như Pb, Zn, Ni v.v. có thể khử đi bằng cách điện phân với mật độ dòng điện nhỏ $0,1 - 0,3 \text{ A/dm}^2$.

c) Tạp chất hữu cơ

Vừa khuấy vừa cho H_2O_2 (30%) 1 – 3 ml/l, gia nhiệt $60 - 65^\circ\text{C}$, sau 1 giờ, cho 3 – 5 g/l than hoạt tính, khuấy đều 2 – 3 giờ, để yên 12 giờ rồi lọc.

6. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ đồng sunfat

Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ đồng sunfat xem bảng 7 – 4.

Bảng 7 – 4. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ đồng sulfat

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Lớp mạ cháy	1. Hàm lượng CuSO_4 cao; 2. Mật độ dòng điện lớn; 3. Chất làm bóng thiếu; 4. Nhiệt độ dung dịch thấp.	1. Bổ sung H_2SO_4 ; 2. Giảm mật độ dòng điện; 3. Điều chỉnh chất làm bóng; 4. Nâng cao nhiệt độ dung dịch.
Độ bóng kém	1. Hàm lượng chất làm bóng thiếu; 2. Tỷ chất hữu cơ nhiều; 3. Nhiệt độ dung dịch cao.	1. Bổ sung chất làm bóng; 2. Xử lý dung dịch; 3. Giảm nhiệt độ.
Lớp mạ có gai	1. Anot không tinh khiết; 2. Xử lý bề mặt không tốt; 3. Chất làm bóng thiếu.	1. Thay thế anot đồng photpho; 2. Tăng cường xử lý bề mặt; 3. Điều chỉnh tỷ lệ các chất làm bóng.
Đo bám chắc giữa lớp mạ đồng bóng và mạ Ni bóng không tốt	Hàm lượng H_2SO_4 hoạt hóa trước khi mạ Ni thấp	Điều chỉnh hàm lượng dung dịch hoạt hóa H_2SO_4
Khả năng phân bố kém	1. Hàm lượng H_2SO_4 thấp; 2. Nhiệt độ dung dịch cao; 3. Tỷ lệ chất làm bóng không đúng.	1. Nâng cao hàm lượng H_2SO_4 ; 2. Giảm nhiệt độ dung dịch; 3. Điều chỉnh tỷ lệ các chất làm bóng

III. MẠ ĐỒNG DUNG DỊCH PIRO PHÔT PHAT

Ưu điểm: Mạ đồng piro photphat có khả năng phân bố tốt, không độc hại, ăn mòn ít, lớp mạ mịn, có thể mạ được lớp mạ dày.

Nhược điểm: Khi mạ trên sắt thép cần phải mạ lót, độ nhớt dung dịch cao, khó lọc, sau khi mạ thời gian dài, muối photphat lắng làm tốc độ kết tủa giảm. Ngoài ra, giá thành đất, xử lý nước thải khó.

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng piro photphat

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng piro photphat, xem bảng 7 – 5.

Bảng 7 – 5. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng piro phốtphat

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
Cu ₃ P ₂ O ₇	60 – 70	60 – 70	70 – 90	50 – 60
K ₄ P ₂ O ₇ .3H ₂ O	280 – 320	280 – 320	300 – 380	350 – 400
NH ₃ H ₂ O (25%)		2 – 3 ml/l		2 – 3 ml/l
(NH ₄) ₂ H ₂ C ₆ H ₅ O ₇	20 – 25		10 – 15	
K ₂ C ₆ H ₅ O ₇ .H ₂ O			10 – 15	
N(CH ₂ COOH) ₂		15 – 20		
KNO ₃		15 – 20		
KNa C ₄ H ₄ O ₆ .4H ₂ O		10 – 20		
SeO ₂			0,008 – 0,02	0,008 – 0,02
C ₂ H ₅ NS ₂			0,002 – 0,004	0,002 – 0,004
pH	8,2 – 8,8	8,2 – 8,8	8,0 – 8,8	8,4 – 8,8
Nhiệt độ (°C)	30 – 50	30 – 40	30 – 50	30 – 50
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	1 – 1,5	0,6 – 1,2	1 – 3	0,5 – 1
Khuấy	Đi động catôt	Đi động catôt	Đi động catôt	Đi động catôt

2. Pha chế dung dịch

(1) Điều chế Cu₂P₂O₇

Cho 1 kg CuSO₄ phản ứng với 0,4 kg Na₃P₂O₇, hoặc 0,66 kg K₄P₂O₇ tạo thành 1 kg Cu₂P₂O₇.

Khi pha, đem hai loại hóa chất trên hòa tan riêng biệt, cho từ từ muối piro phốtphat vào trong dung dịch đồng sunfat khuấy đều. Sau phản ứng, pH của dung dịch bằng 5 là thích hợp, gạn, rửa, kết tủa nhiều lần.

(2) Pha chế dung dịch

Hòa tan K₄P₂O₇ trong thùng, sau đó cho Cu₂P₂O₇ khuấy đều khi hòa tan hoàn toàn. hòa tan muối citric, muối taartarat, muối nitrat, sau đó đổ vào thùng mía. Lọc lỏng nước đến mức quy định.

Dùng axit citric hoặc KOH để điều chỉnh pH. Cho H₂O₂ (30%) 1 – 2 ml/l than hoạt tính 3 – 5 g/l, nhiệt độ 50°C, thời gian 1 – 2 giờ, để lắng rồi lọc.

Chất làm bóng cho vào sau cùng. Hòa tan NH₄OH, SeO₂ trong nước, C₂H₅NS₂ hòa tan trong KOH rồi mới cho vào.

3. Bảo vệ dung dịch

(1) Phản tích điều chỉnh dung dịch có tỷ lệ:

$$P = P_2O_5/Cu = 7 : 1 \text{ hoặc } 8 : 1$$

(2) NH_4OH dễ bay hơi, cần chú ý cho vào nhưng không quá nhiều. Thông thường mỗi ngày cứ 1 m^2 bê tông hổ sung 400 ml NH_4OH (25%).

(3) Để phòng tích lũy muối photphat.

Gia trị pH thấp ($\text{pH} < 7$), tỷ lệ P cao, nhiệt độ cao (lớn hơn 60°C) đều dẫn đến sự thủy phân muối prito photphat tạo thành muối photphat. Có nhà máy để phòng sự thủy phân muối prito photphat bằng cách: nâng cao $\text{pH} = 8.6 - 9.2$, hàm lượng Cu trên 26 g/l, tương ứng nâng cao tỷ lệ P để tránh lớp mạ thô, dung dịch làm việc được lâu dài.

Nếu muối photphat nhiều không có biện pháp xử lý, chỉ làm loãng hoặc thay mới dung dịch.

(4) Dùng phương pháp khuấy mạnh. Ví dụ: khuấy bằng không khí nén, di động catôt v.v. Như vậy, có thể nâng cao mật độ dòng điện và cải thiện chất lượng lớp mạ.

(5) Dùng phương pháp đổi chiều dòng điện có thể cải thiện chất lượng lớp mạ.

(6) Dung dịch có 0,005 g/l gốc xianua ảnh hưởng không tốt với lớp mạ, có thể xử lý bằng H_2O_2 (30%) 1 – 2 ml/l, nhiệt độ $50 - 60^\circ\text{C}$, thời gian 1 – 2 giờ.

(7) Chất làm bóng không cho quá nhiều, nếu không lớp mạ giòn, xử lý tạp chất hữu cơ bằng cách cho H_2O_2 (30%) 1 – 2 ml/l và than hoạt tính 3 – 5 g/l.

Chương 8

MẠ NIKEN

Niken không ổn định trong không khí, bề mặt никen bóng bị mờ trong không khí. Lớp mạ nikен là lớp mạ catôt so với kim loại sắt, tinh bảo vệ liên quan mật thiết với lỗ xốp, và có nhiều lỗ xốp. Hiện nay, phát triển lớp mạ nikен nhiều lớp – crôm, nhám nâng cao tính bền ăn mòn. Ví thê, chúng được sử dụng rộng rãi.

Có rất nhiều loại dung dịch mạ nikен, nhưng sử dụng nhiều nhất là mạ nikен muối sunfat, hợp chất clo thấp, bao gồm mạ nikен thông thường và mạ nikен bóng.

I. MẠ NIKEN THÔNG THƯỜNG

Mạ nikен thông thường gọi là mạ nikен mờ, là lớp mạ bảo vệ, thường dùng rộng rãi để mạ lót lớp mạ trong trí nhiều lớp.

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ xem bảng 8 – 1.

Bảng 8 – 1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4
$\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	120 – 140	150 – 250	250 – 300	200 – 250
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	–	–	30	–
NaCl	7 – 9	8 – 10	–	5 – 10
H_3BO_4	30 – 40	30 – 35	35 – 40	30 – 35
Na_2SO_4	50 – 80	20 – 30	–	–
$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	–	–	–	45 – 50
NaF	–	–	–	4
H_3O_2 (30%) ml/l	–	–	–	0,1
$\text{C}_1\text{H}_2\text{SO}_4\text{Na}$	0,01 – 0,02	–	0,05 – 0,1	–
pH	5 – 5,6	5 – 5,5	3 – 4	4 – 4,5
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	30 – 35	20 – 35	45 – 60	45 – 50
Mật độ dòng điện (A/dm^2)	0,8 – 1,5	0,8 – 1,5	1 – 2,5	1 – 1,5
Đi dòng catôt	–	–	Cần	Cần

Chú ý: – Pha chế 1: Mạ nikен nồng độ thấp, dùng để mạ lót.

- Pha chế 2: Mạ nikен nồng độ trung bình.
- Pha chế 3: Mạ nikен nhanh, nồng độ cao.
- Pha chế 4: Mạ nikен thông thường.

2. Tác động các thành phần dung dịch

(1) $NiSO_4 \cdot 7H_2O$

$NiSO_4 \cdot 7H_2O$ là muối chính trong dung dịch để cung cấp ion Ni^{+} . Phạm vi sử dụng hàm lượng $NiSO_4$ tương đối rộng, trong khoảng 100 – 350 g/l. Khi hàm lượng thấp, khả năng phân bố tốt, lớp mạ kết tinh mịn, tốc độ kết tủa chậm, hiệu suất dòng điện thấp. Hàm lượng cao cho phép sử dụng mật độ dòng điện cao, tốc độ kết tủa nhanh, hàm lượng quá cao khả năng phân bố kém. Vì vậy, dung dịch hàm lượng $NiSO_4$ cao dùng để mạ nikén nhanh và mạ nikén bóng.

(2) $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ hoặc $NaCl$

Trong dung dịch mạ có ion clo, có tác dụng hoạt hóa anôt, là chất hoạt hóa anôt. Chúng có tác dụng nâng cao độ dẫn điện và cải thiện khả năng phân bố của dung dịch. Trong dung dịch mạ, hàm lượng hợp chất clo không chế trong phạm vi quy định. Nếu hàm lượng thấp, anôt dễ thụ động hóa, hàm lượng nikén trong dung dịch giảm, hiệu suất dòng điện và tốc độ kết tủa giảm. Nếu hàm lượng quá cao, anôt hòa tan nhanh, lớp mạ kết tinh thô, gai, nội ứng lực lớp mạ tăng, giảm chất lượng lớp mạ. Hàm lượng $NaCl$ nên không chế trong khoảng 7 – 20 g/l.

(3) H_3BO_3

Trong dung dịch mạ nikén, H_3BO_3 là chất đậm, có tác dụng làm ổn định độ pH. Tác dụng làm đậm mạnh, yếu của H_3BO_3 có liên quan đến hàm lượng của nó. Khi hàm lượng H_3BO_3 là 30 g/l, tác dụng đậm có tác dụng rõ rệt nhưng độ hòa tan của H_3PO_4 không lớn. Ở nhiệt độ thường chỉ hòa tan được 40 g/l, gia nhiệt có thể nâng cao độ hòa tan, nhưng khi nhiệt độ giảm xuống, H_3BO_3 đã hòa tan, kết tinh lại, ảnh hưởng đến chất lượng lớp mạ. Vì thế, trong dung dịch mạ nikén thông thường không chế hàm lượng H_3BO_3 trong khoảng 30 – 40 g/l. Trong điều kiện mạ nikén bóng, tốc độ nhanh, hàm lượng H_3BO_3 có thể đạt đến 45 g/l.

(4) NaF

Trong dung dịch mạ nikén có H_3BO_3 , có một ít hàm lượng NaF có thể nâng cao tác dụng đậm. Nhưng NaF dễ tác dụng với các ion canxi, magie v.v. đến từ nguồn nước, dễ sinh ra kết tủa, ảnh hưởng đến chất lượng lớp mạ. Vì vậy, rất ít khi sử dụng NaF , chỉ sử dụng trong quá trình mạ nikén nhanh.

(5) Na_2SO_4 và $MgSO_4$

Chúng có tác dụng dẫn điện và nâng cao khả năng phân bố. Khi có muối dẫn điện Na_2SO_4 hàm lượng ion natri trong dung dịch tăng cao, lớp mạ kết tinh mịn, nhưng do sự phóng điện của ion nikén bị kiềm chế, làm cho ion hydro dễ dàng phóng điện, giá trị pH ở vùng catôt lên cao, hình thành hợp chất hydroxit hoặc muối kết tủa, chất lượng lớp mạ giảm. Vì thế, thường cho ít Na_2SO_4 . Khi mạ nikén nhanh thường không cho Na_2SO_4 . Cho $MgSO_4$ làm cho lớp mạ trắng và mềm.

3. Ảnh hưởng của chế độ công nghệ

(1) Giá trị pH

Giá trị pH trong dung dịch mạ ảnh hưởng rất lớn đến chất lượng lớp mạ. Thông thường, dung dịch pH cao, khả năng phân bố tốt, hiệu suất dòng điện cao, nhưng nếu quá cao dễ sinh ra châm kim, kết tinh thô, giòn, độ bám chắc không tốt. Dung dịch pH thấp, anot hòa tan nhanh, cặn bùn ít, có thể sử dụng mật độ dòng điện lớn. Khi pH quá cao, có thể điều chỉnh bằng H_2SO_4 hoặc HCl 10% – 20%. Khi pH quá thấp, điều chỉnh bằng NaOH 3 – 5%.

(2) Nhiệt độ

Nhiệt độ dung dịch mạ có ảnh hưởng rất quan trọng đến ứng lực nội lớp mạ, tốc độ kết tủa và chất lượng lớp mạ. Nhiệt độ tăng cao, ứng lực nội giảm đi, có thể sử dụng mật độ dòng điện cao, nâng cao độ dẫn điện nhưng nếu quá cao muối nikén bị thủy phân, sinh thành kết tủa hợp chất hidrôxit, khả năng phân bố giảm, dễ sinh ra châm kim. Nhiệt độ dung dịch mạ nikén thông thường trong khoảng 18 – 35°C.

(3) Mật độ dòng điện

Mật độ dòng điện có liên quan mật thiết với nồng độ ion nikén, nhiệt độ, giá trị pH v.v. Thông thường, nồng độ muối chính cao, giá trị pH giảm, khi gia nhiệt và khuấy có thể sử dụng mật độ dòng điện lớn. Ngược lại, khi nhiệt độ thấp, dung dịch nồng độ muối chính thấp, chỉ sử dụng mật độ dòng điện thấp, nếu không lớp mạ sẽ chay và thô.

4. Pha chế dung dịch mạ nikén thông thường

(1) Cân cứ vào thể tích bể mạ, tính toán các loại hóa chất cho vào bể;

(2) Cho nước vào trong 1/2 thể tích bể, cho $NiSO_4$, $NiCl_2$, $NaCl$, Na_2SO_4 , $MgSO_4$ vào bể, giá nhiệt, khuấy đều cho tan hoàn toàn;

(3) Trong bể khác hòa tan H_3BO_3 trong nước nóng, nhiệt độ 80°C, khuấy đều hòa tan sau đó cho vào bể mạ;

(4) Cho nước đến thể tích quy định, khuấy đều dùng $NaOH$ 3% hoặc H_2SO_4 3% để điều chỉnh pH trong phạm vi quy định:

(5) Phân tích dung dịch, cân cứ vào kết quả phân tích, điều chỉnh dung dịch;

(6) Điện phân dung dịch với catôt là tăm thép uốn hình lượn sóng, mật độ dòng điện 0,1 – 0,2 A/dm², điện phân 4 – 8 giờ có thể đưa vào sản xuất.

5. Bảo vệ dung dịch khử tạp chất

(1) Bảo vệ dung dịch

a) Mỗi tuần phân tích hàm lượng các hóa chất một lần, mỗi ngày đo pH một lần và kịp thời điều chỉnh trong phạm vi quy định.

b) Yêu cầu sử dụng các hóa chất: Dung H_2SO_4 tinh khiết, $NiSO_4$, $MgSO_4$, $NiCl_2$, H_3BO_3 v.v. là hóa chất công nghiệp cấp 1, $NaCl$ tinh khiết, chất lượng anot никen có hàm lượng никen trên 99.9%.

c) Anot никен phải bao bằng vải chịu axit, móc treo đồng anot không được chongap vào dung dịch mạ.

d) Sau khi làm việc xong, phải kịp thời lấy chí tiết rời vào bể mạ để để phòng sứt tách lũy các tạp chất.

e) Cứ 3 – 6 tháng phải xử lý lớn một lần, phương pháp xử lý như sau: Cho H_2O_2 (30%) 0,5 – 1 ml/l, giá nhiệt 60 – 65°C, khuấy 1 – 2 giờ, cho than hoạt tính 2 – 3 g/l, khuấy 1 giờ, để yên 12 giờ, lọc, phân tích và điều chỉnh dung dịch trong phạm vi quy định.

(2) Khử tạp chất

a) Tạp chất đồng, chì

Có thể điện phân dung dịch với catot là tấm thép kẽm uốn hình lượn sóng, mật độ dòng điện nhỏ 0,05 – 0,1 A/dm² (từ nhỏ đến lớn), thời gian nhiều giờ, cho đến khi hết tạp chất.

b) Tạp chất sắt

Khi hàm lượng Fe vượt quá 0,03 g/l, lớp mạ châm kim, thô, giòn, bong, đen. Phương pháp xử lý: Điều chỉnh pH = 3 – 3,5, vừa khuấy vừa cho H_2O_2 (30%) 0,5 – 1 ml/l, giá nhiệt dung dịch 60°C, khuấy 1 – 2 giờ, cho $Ni(OH)_2$ hoặc $NiCO_3$, điều chỉnh pH = 5,5, giá nhiệt 60°C, tiếp tục khuấy 1 – 2 giờ, để yên 12 giờ, lọc. Cuối cùng, dùng H_2S và loãng điều chỉnh pH trong phạm vi quy định.

c) Tạp chất kẽm

Tạp chất kẽm làm lớp mạ châm kim, vệt đen. Phương pháp xử lý như sau:

– Phương pháp hóa học: Điều chỉnh pH = 6,2 bằng $CaCO_3$, hoặc $NaOH$ 5 – 10%, giá nhiệt 60 – 70°C, khuấy 1 – 2 giờ, để yên 4 giờ rồi lọc. Điện phân với mật độ dòng điện 0,2 – 0,4 A/dm² trong nhiều giờ.

– Phương pháp điện phân: Khi tạp chất kẽm vượt quá 0,06 g/l, có thể khử bằng cách điện phân với mật độ dòng điện 0,05 – 0,1 A/dm².

d) Tạp chất crôm

Khi hàm lượng của nó vượt quá 0,3 g/l, dòng điện nhỏ, không có lớp mạ, khả năng phân bố giảm, lớp mạ giòn, xấu tối. Phương pháp khử như sau:

– Phương pháp xử lý $Na_2S_2O_3$: Điều chỉnh pH = 3, cho $Na_2S_2O_3$ 0,2 – 0,4 g/l. Sau đó, dùng dung dịch $Ni(OH)_2$ 5 – 10% để điều chỉnh pH = 6,2, giá nhiệt 70 – 75°C, khuấy 1 – 2 giờ, để yên 2 – 3 giờ, rồi lọc. Cho H_2O_2 (30%) 0,2 – 0,4 ml/l để khử $Na_2S_2O_3$ quá lượng, sau đó điều chỉnh đến pH bình thường, thì nghiệm sản xuất thử.

– Phương pháp xử lý bằng sắt sunfat hóa trị hai: Dùng H_2SO_4 điều chỉnh dung dịch mạ pH = 3 cho $FeSO_4$ 1 g/l (cần cứ vào hàm lượng Cr^{+6} mà quyết định), khuấy 1 – 2 giờ, cho H_2O_2 30% 1 ml/l, cho $Ni(OH)_2$ hoặc $NiCO_3$, để điều chỉnh pH = 6,2; già nhiệt 60 – 70°C, bảo đảm nhiệt độ và khuấy 4 giờ, để lắng 2 – 3 giờ rồi lọc, dùng H_2SO_4 để điều chỉnh pH đến phạm vi quy định, điện phân sản xuất thử.

e) Tạp chất gốc NO_3^-

Khi hàm lượng của nó vượt qua 0,2 g/l lớp mạ đen, độ giòn tăng, lõi xốp tăng, hiệu suất dòng điện giảm. Xử lý gốc NO_3^- bằng phương pháp điện phân: lúc đầu dùng mật độ dòng điện lớn ($1 A/dm^2$) để điện phân sau đó giảm dần đến mật độ dòng điện thấp $0,2 A/dm^2$ điện phân dung dịch đến khi mạ đạt yêu cầu.

6. Những sự cố và phương pháp khắc phục

Những sự cố và phương pháp khắc phục xem bảng 8 – 2.

Bảng 8 – 2. Những sự cố và phương pháp khắc phục

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Lớp mạ bóng, giòn	1. pH dung dịch quá thấp hoặc quá cao; 2. Xử lý trước khi mạ không tốt; 3. Tạp chất dung dịch mạ quá nhiều; 4. Mật độ dòng điện quá cao; 5. Nhiệt độ thấp.	1. Điều chỉnh pH; 2. Tăng cường xử lý trước khi mạ; 3. Cần cứ vào chủng loại tạp chất mà xử lý thích hợp; 4. Điều chỉnh mật độ dòng điện; 5. Nâng cao nhiệt độ.
Biên lớp mạ cháy	1. Mật độ dòng điện cao; 2. Hàm lượng muối nikén hoặc H_3BO_3 thấp.	1. Giảm mật độ dòng điện; 2. Phân tích điều chỉnh dung dịch.
Lớp mạ thô, gai	1. Dung dịch có chất huyền phù rắn; 2. Bổ trí chi tiết mạ không hợp lý; 3. Cho các hóa chất hòa tan không tốt.	1. Lọc dung dịch; 2. Điều chỉnh lại cách treo; 3. Giảm nhiệt dung dịch cần thiết phải lọc.
Lớp mạ đen, tối	1. Tạp chất Cu và Zn nhiều; 2. pH cao, nhiệt độ cao, mật độ dòng điện thấp.	1. Điện phân mật độ dòng điện thấp (xử lý đồng), dùng phương pháp hóa học xử lý kẽm; 2. Điều chỉnh trọng phạm vi công nghệ.

II. MẠ NIKEN BÓNG

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ nikén bóng xem bảng 8 – 3.

Bảng 8 – 3. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ nikén bóng

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>
NiSO ₄ .7H ₂ O	250 – 300	250 – 300
NiCl ₂ .6H ₂ O	30 – 50	50 – 60
H ₃ BO ₃	35 – 40	35 – 40
Sắc Karim C ₆ H ₅ COSO ₂ NH	0,6 – 1	
1 – 4 Butidiol C ₄ H ₆ O ₂	0,3 – 0,5	
Turbo Makeup		5 – 10 ml/l
Turbo Maintenance		0,5 – 0,8 ml/l
62A		1 – 5 ml/l
pH	3,8 – 4,6	4 – 4,8
Nhiệt độ (°C)	45 – 55	50 – 60
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	2 – 4	2 – 8
Đi động catôt/khuấy không khí nén	Cần	Cần

2. Tác dụng các thành phần dung dịch

Trong dung dịch mạ Ni bóng, tác dụng các thành phần NiSO₄, NiCl₂, H₃BO₃ cũng giống như mạ nikén thông thường. Sau đây giới thiệu tác dụng của các chất C₁₂H₂₅SO₄Na và chất làm bóng.

(1) C₁₂H₂₅SO₄Na

Là chất hoạt động bề mặt phi ion có tác dụng chống châm kim, lớp mạ thường gọi là chất thấm ướt hoặc chất chống châm kim. Hòa tan C₁₂H₂₅SO₄Na bằng nước khử ion với thể tích gấp 1000 lần, đun sôi 5 – 10 phút vừa khuấy vừa cho vào bể mạ.

(2) Chất làm bóng

a) Chất làm bóng loại một

Là chất làm tăng phân cực catôt, làm cho lớp mạ mịn, độ bóng đồng đều, cải thiện tính năng cơ khí lớp mạ, làm giảm ứng suất nội, chống giòn.

b) Chất làm bóng loại hai

Có tác dụng làm bóng lớp mạ, nhưng làm tăng ứng suất nội, lớp mạ giòn. Khi phối hợp với chất làm bóng loại một có thể làm giảm ứng suất nội, làm giảm tính giòn, đồng thời còn mở rộng phạm vi làm bóng lớp mạ. Ngoài ra, còn có tác dụng làm tăng phân cực catôt, làm cho lớp mạ mịn, bằng phẳng.

c) Tiêu hao và bổ sung chất làm bóng

Trong quá trình mạ bóng hàm lượng chất làm bóng ít, nhưng có tác dụng rõ rệt, cần phải không chế hàm lượng rất chặt chẽ. Đến nay chưa có phương pháp phân tích hóa học chính xác các chất làm bóng. Vì vậy, phương pháp bổ sung chất làm bóng theo tính toán lượng Ampe giờ.

3. Ảnh hưởng của chế độ công nghệ

Ảnh hưởng chế độ công nghệ mạ nikén bóng như nhiệt độ dung dịch, mật độ dòng điện, pH, khuấy v.v. đối với lớp mạ cũng giống như mạ nikén thường, nhưng dung dịch mạ bóng có chất làm bóng, nên chế độ công nghệ có sự khác biệt với mạ nikén thông thường. Ví dụ: pH dung dịch mạ nikén bóng thấp hơn mạ nikén thông thường, pH dung dịch mạ nikén bóng bằng 4 – 5, nhiệt độ dung dịch 45 – 55°C, cao hơn mạ nikén thông thường, mật độ dòng điện 2 – 5 A/dm², cao hơn mạ nikén thông thường. Dung dịch mạ bóng cần phải khuấy hoặc di động catôt, mạ nikén thông thường không cần thiết.

4. Pha chế dung dịch mạ bóng

(1) Pha chế các loại hóa chất như NiSO_4 , NiCl_2 , H_3BO_3 v.v. cũng giống như mạ nikén thông thường.

(2) Pha chế các chất làm bóng: Cân cứ vào thể tích chất làm bóng, pha loãng bằng nước cất với thể tích gấp 20 – 30 lần, vừa khuấy vừa cho vào dung dịch.

(3) Pha loãng $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{SO}_4\text{Na}$ bằng nước khử ion, với thể tích gấp 500 – 1000 lần, đun sôi 5 – 10 phút, khuấy đều cho vào dung dịch.

(4) Điện phân với mật độ dòng điện thấp 0,1 – 0,5 A/dm², phân tích, điều chỉnh, sản xuất thử.

5. Bảo vệ dung dịch và khử tạp chất mạ bóng

(1) Bảo vệ dung dịch

a) Mỗi tuần phân tích các thành phần chủ yếu một lần, cân cứ vào kết quả phân tích điều chỉnh các thành phần trong phạm vi quy định.

b) Bao anôt nikén bằng vải chịu axit, để đề phòng làm cạn rơi vào bể mạ, tạo gai.

c) Hàng ngày phải kiểm tra độ pH và kịp thời điều chỉnh.

Phương pháp điều chỉnh: Dùng H_2SO_4 tinh khiết 20 – 30%, vừa khuấy vừa cho vào dung dịch.

d) Bổ sung chất làm bóng: Cân cứ vào diện tích bể mạ, theo nguyên tắc cho ít, nhiều lần, khi cho cần làm loãng dung dịch mạ bóng gấp 20 – 30 lần thể tích, sau đó cho vào bể mạ.

e) Cân định kỳ xử lý lớn dung dịch mạ. Cứ 3 – 6 tháng phải xử lý lớn mỗi lần. Phương pháp xử lý như sau: Dùng H_2SO_4 20 – 30% để điều chỉnh pH = 3 – 3,5, cho H_2O_2 1 – 3 ml/l, khuấy 1 – 2 giờ, sau đó tăng nhiệt 60 – 70°C, khuấy 1 giờ, cho than hoạt tính 3 – 5 g/l, tiếp tục khuấy 1 – 2 giờ. Nếu nhu hàm lượng đồng vượt tiêu chuẩn, cần cho chất khử đồng (1 – 3 ml/l), khuấy 1 giờ, (hoặc điện phân cho hết) để lắng 12 giờ, lọc, điện phân, phân tích. Điều chỉnh dung dịch trong phạm vi công nghệ, bổ sung chất làm bóng, mạ thử đạt yêu cầu đưa vào sản xuất.

(2) Khử tạp chất

a) Tạp chất đồng, chì

Tạp chất đồng chì vượt quá 0,01 g/l, chỗ mặt độ dòng điện thấp có vết đen thò hoặc lớp mạ có vết. Phương pháp xử lý: Điện phân với catot là những tấm tôm nón gấp khúc, mật độ dòng điện nhỏ 0,05 – 0,1 A/dm², điện phân trong nhiều giờ cho hết.

b) Tạp chất sắt

Khi dung dịch có tạp chất sắt 0,03 g/l lớp mạ chàm kẽm, giòn, bong, đen. Phương pháp xử lý: Dùng H₂SO₄ loãng điều chỉnh pH = 3 – 3,5, vừa khuấy vừa cho H₂O₂ (30%) 1 – 2 ml/l, giá nhiệt 60 – 70°C, khuấy 1 giờ, cho Ni(OH)₂ hoặc NiCO₃ để điều chỉnh pH = 5,5, khuấy 2 – 3 giờ, để lắng 12 giờ, lọc dung dịch, điều chỉnh pH trong phạm vi quy định.

c) Tạp chất kẽm

Sự tích luỹ tạp chất kẽm làm ứng suất nội lực mạ tăng, lớp mạ giòn, nếu nghiêm trọng có vết đen, có hai phương pháp xử lý tạp chất kẽm.

– Phương pháp hóa học: Dùng NaOH điều chỉnh pH = 6, cho CaCO₃ 5 – 10 g/l, khống chế pH = 6,3, giá nhiệt 70°C, khuấy 1 – 2 giờ, để lắng trên 4 giờ, lọc, điều chỉnh pH trong phạm vi quy định, mạ thử.

– Phương pháp điện phân: Điện phân với mật độ dòng điện thấp 0,2 – 0,4 A/dm².

d) Tạp chất crôm

Tạp chất crôm tồn tại làm cho khả năng phân bố và hiệu suất dòng điện giảm, độ bám chắc kém, khi nghiêm trọng không có lớp mạ. Phương pháp xử lý như sau:

– Phương pháp KMnO₄: Cho vào dung dịch lượng thích hợp KMnO₄ để crôm hóa trị thấp ôxi hóa thành Cr⁶⁺, sau đó cho muối chì để sinh thành chì crômat kết tủa, khử tạp chất crôm.

– Phương pháp xử lý NaS₂O₃: Điều chỉnh dung dịch có pH = 3, cho NaS₂O₃ 0,2 – 0,4 g/l, giá nhiệt 70 – 75°C, khuấy 1 – 2 giờ, điều chỉnh pH = 6,2, để yên 2 – 3 giờ, lọc, cho H₂O₂ (30%) 0,2 – 0,4 ml/l, khử NaS₂O₃ quá lượng, điều chỉnh pH trong phạm vi công nghệ, mạ thử.

e) Tạp chất NO₃⁻

Khi hàm lượng NO₃⁻ đạt đến 0,2g/l lớp mạ đen. Phương pháp xử lý: Điều chỉnh pH = 1 – 2, tăng diện tích anôt, dùng mật độ dòng điện catot 1 A/dm² để điện phân một thời gian, sau đó giảm xuống với mật độ dòng điện 0,2 A/dm², tiếp tục điện phân đến khi đạt yêu cầu.

i) Tạp chất hữu cơ

Sự tích luỹ tạp chất hữu cơ làm cho lớp mạ có vết, giòn, chàm kẽm v.v. Phương pháp xử lý giống như mạ nikén thông thường.

6. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ Ni bóng

Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ Ni bóng xem bảng 8 – 4.

Bảng 8 – 4. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ Ni bóng

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Lớp mạ rộp, bong	1. Xử lý bề mặt không tốt; 2. Sự phản hủy tạp chất hữu cơ; 3. Khi mạ, dòng điện bị ngắt quãng; 4. Tạp chất kim loại nhiều.	1. Tăng cường xử lý bề mặt; 2. Dùng H_2O_2 , than hoạt tính hoặc $KMnO_4$ xử lý, lọc dung dịch; 3. Kiểm tra mạch điện; 4. Xử lý tùy theo các loại tạp chất.
Lớp mạ thô	1. Tạp chất kim loại nhiều; 2. Bùn cặn anôt nhiều; 3. Mật độ dòng điện lớn; 4. Xử lý trước khi mạ không tốt.	1. Xử lý tùy theo các loại tạp chất; 2. Lọc dung dịch; 3. Giảm mật độ dòng điện; 4. Tăng cường xử lý trước khi mạ.
Lớp mạ có dạng sương mù	1. pH cao; 2. Nhiệt độ dung dịch cao; 3. $C_{12}H_{25}SO_4Na$ quá nhiều hoặc hòa tan không triệt để.	1. Điều chỉnh pH; 2. Giảm nhiệt độ dung dịch; 3. Điện phân hoặc làm loãng dung dịch.
Lớp mạ châm kim	1. $C_{12}H_{25}SO_4Na$ thiếu; 2. Tạp chất kim loại nhiều; 3. Sự phản hủy tạp chất hữu cơ; 4. pH cao, 5. Mật độ dòng điện lớn; 6. Khuấy dung dịch không đều.	1. Bổ sung $C_{12}H_{25}SO_4Na$; 2. Xử lý tùy theo các loại tạp chất; 3. Dùng than hoạt tính hấp phụ. 4. Giảm pH, 5. Giảm mật độ dòng điện; 6. Tăng cường khuấy dung dịch.
Cho lõm chi tiết mạ độ bóng kém	1. Tạp chất kim loại nhiều; 2. Mật độ dòng điện nhỏ; 3. Nhiệt độ cao; 4. pH thấp; 5. Chất làm bóng ít.	1. Xử lý tùy theo các loại tạp chất; 2. Nâng cao mật độ dòng điện; 3. Giảm nhiệt độ; 4. Điều chỉnh pH; 5. Bổ sung chất làm bóng.
Chỗ mạt độ dòng điện thấp lớp mạ đen	Trong dung dịch có tạp chất kẽm hoặc đồng.	Xử lý bằng phương pháp điện phân hoặc hóa học.
Lớp mạ không bóng	1. Chất làm bóng ít; 2. pH không thích hợp; 3. Nhiệt độ cao hoặc thấp.	1. Bổ sung chất làm bóng; 2. Điều chỉnh pH; 3. Điều chỉnh nhiệt độ dung dịch.

7. Chế độ công nghệ mạ nikén nhiều lớp

Mạ nikén nhiều lớp bao gồm mạ nikén hai lớp và mạ nikén ba lớp.

Mạ nikén hai lớp: bao gồm lớp mạ bán bóng có hàm lượng lưu huỳnh nhỏ hơn 0,005%, sau đó là lớp mạ bóng có hàm lượng lưu huỳnh lớn hơn 0,04% (0,04 – 0,08%). Độ dày lớp mạ bán bóng không nhỏ hơn 60% tổng độ dày lớp mạ. Thông thường, tỷ lệ độ dày hai lớp mạ là 3 : 1.

Tính năng bảo vệ lớp mạ nikén hai lớp do điện thế chênh lệch của hai lớp mạ. Dùng phương pháp kiểm tra điện thế chênh lệch giữa hai lớp mạ lớn hơn 125 mV, vì thế sự tập trung phát triển ăn mòn theo hướng ngang lớp mạ nikén bóng, bảo vệ sắt thép khỏi sự ăn mòn.

Gần đây đã có mạ Ni composit, cho nhiều đặc tính cơ lý hóa rất quý. Lớp Ni composit được mạ ra ngoài lớp nikén bóng nhờ một dung dịch nikén bóng khác có cho thêm các hạt phi kim loại (đường kính 0,01 – 0,5 μm) trong điều kiện khuấy mạnh. Thời gian mạ 5 – 8 phút, lượng tạp chất phi kim loại trong lớp mạ chiếm 2 – 3%.

Chương 9

MẠ CRÔM

Lớp mạ crôm có độ cứng rất cao, độ cứng HB bằng 100 – 1100, vượt quá thép tôi, chi kem kim cương, chịu mài mòn, chịu nhiệt tốt, ở nhiệt độ 450 – 500°C mới bị ôxi hóa biến màu.

Lớp mạ crôm có nhiều loại như mạ crôm trang trí, mạ crôm sửa, mạ crôm đen, mạ crôm xốp v.v.

1. Mạ crôm trang trí

Lớp mạ crôm có tính chất trang trí và chịu mài mòn, dùng để mạ sản phẩm ngũ kim, xe đạp, xe ôtô, đồng hồ v.v.

2. Mạ crôm cứng

Lớp mạ crôm có độ cứng và chịu mài mòn cao, dùng để mạ chi tiết máy và công cụ bị mài mòn. Ví dụ: khuôn mẫu dụng cụ đo, dao cắt gọt và những chi tiết máy bị mài mòn, kéo dài thời gian sử dụng.

3. Mạ crôm xốp

Lớp mạ có đặc tính bồi tron, dùng để mạ bề mặt bị mài mòn, bảo đảm dầu bôi trơn (ví dụ: xilanh).

4. Mạ crôm màu trắng sữa

Lớp mạ chịu nhiệt độ cao (300 – 600°C), lỗ xốp nhỏ, chống giật tốt, dùng để mạ dụng cụ đo.

5. Mạ crôm đen

Dùng để mạ dụng cụ quang học.

I. NHỮNG NHÂN TỐ ẢNH HƯỞNG ĐẾN CHẤT LƯỢNG LỚP MẠ

1. Tác dụng của các thành phần dung dịch

(1) Nồng độ CrO_3

Trong dung dịch mạ crôm, nồng độ CrO_3 ở trong khoảng 180 – 450 g/l nồng độ cao, độ dẫn điện dung dịch cao, khả năng phân bố nâng cao, nhưng hiệu suất dòng điện giảm.

a) Dung dịch mạ crôm nồng độ thấp (CrO_3 : 150 g/l): hiệu suất dòng điện 15 – 16%, khả năng phân bố kém, độ cứng lớp mạ cao, khu vực mạ bóng thu hẹp. Nhưng có ưu điểm: dung dịch bị tổn thất ít khi lấy chi tiết ra, dùng để mạ crôm cứng.

b) Dung dịch mạ crôm nồng độ cao (CrO_3 : 350 g/l): hiệu suất dòng điện 8 – 12%. khả năng phân bố tốt, khu vực mạ bóng rộng. Nhược điểm: dung dịch bị tổn thất nhiều khi lấy chi tiết ra, dùng để mạ crôm trang trí.

c) Dung dịch mạ crôm nồng độ trung bình (CrO_3 : 250 g/l): dung dịch crôm tiêu chuẩn, hiệu suất dòng điện 13 – 15%, khả năng phân bố nằm giữa dung dịch nồng độ thấp và nồng độ cao, khu vực mạ bóng rộng dùng để mạ crôm cứng và crôm trang trí.

(2) Nồng độ H_2SO_4

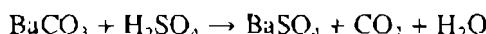
Nồng độ gốc sunfat có ảnh hưởng rất lớn đến độ bóng, khả năng phân bố, hiệu suất dòng điện và chất lượng lớp mạ, ảnh hưởng của nồng độ gốc sunfat đến chất lượng lớp mạ không phải là nồng độ tuyệt đối của gốc sunfat mà là tỷ lệ nồng độ giữa axit sunfuric và ôxít crôm.

Trong dung dịch mạ crôm thông thường tỷ số nồng độ của SO_4^{2-} với CrO_3 là 1% (tức là $\text{CrO}_3/\text{SO}_4^{2-} = 100$), không chế trong phạm vi $\text{CrO}_3/\text{SO}_4^{2-} = 0,8 - 1,2\%$. Khi $\text{CrO}_3/\text{SO}_4^{2-} = 100$, hiệu suất dòng điện cao nhất.

Khi $\text{CrO}_3/\text{SO}_4^{2-} < 100$, có thể nâng cao độ bóng lớp mạ nhưng làm giảm hiệu suất dòng điện, tốc độ kết tủa và khả năng phân bố. Khi nồng độ SO_4^{2-} cao quá (nồng độ SO_4^{2-} lớn hơn 1,5%), chất lượng lớp mạ giảm.

Khi $\text{CrO}_3/\text{SO}_4^{2-} > 100$, có thể cải thiện khả năng phân bố nhưng làm giảm hiệu suất dòng điện và tốc độ kết tủa, lớp mạ có độ bóng kém.

Nếu như nồng độ H_2SO_4 trong dung dịch mạ crôm cao quá có thể dùng BaCO_3 hoặc $\text{Ba(OH)}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ để kết tủa H_2SO_4 dư.



Cần cứ phản ứng, cứ 2 gam BaCO_3 có thể kết tủa 1 gam H_2SO_4 .

(3) Nồng độ Cr^{+3}

Cr^{+3} là thành phần chủ yếu tạo màng, nồng độ Cr^{+3} ảnh hưởng rất lớn đến chất lượng lớp mạ. Thông thường nồng độ Cr^{+3} trong khoảng 2 – 4 g/l. Khi nồng độ Cr^{+3} thấp, tạo màng không liên tục, khả năng phân bố kém, tốc độ kết tủa chậm, giống như hiện tượng nồng độ SO_4^{2-} cao. Khi hàm lượng Cr^{+3} cao, độ bóng lớp mạ kém, lớp mạ đen thô, giống như hiện tượng nồng độ SO_4^{2-} thấp. Nếu nồng độ Cr^{+3} quá cao, có thể xử lý bằng cách điện phân. Khi tỷ lệ diện tích anot: diện tích catot bằng 30 : 1, nhiệt độ 50 – 60°C, mật độ dòng điện catot bằng 1 – 2 A/dm², đến khi nồng độ Cr^{+3} đạt đến bình thường.

(4) Ion gốc $[\text{SiF}_6]^{-2}$

Tác dụng ion gốc $[\text{SiF}_6]^{-2}$ cũng giống như ion gốc SO_4^{2-} , có thể thay thế một phần gốc SO_4^{2-} . Ion $[\text{SiF}_6]^{-2}$ có thể nâng cao hiệu suất dòng điện vào khoảng 20% và được lớp mạ crôm bóng.

2. Ảnh hưởng của chế độ công nghệ

Trong dung dịch mạ crôm, mật độ dòng điện, nhiệt độ dung dịch ảnh hưởng rất lớn đến khả năng phân bố, hiệu suất dòng điện, tính năng dung dịch và tính năng lớp mạ (như độ bóng, độ cứng, vết nứt v.v.). Vì vậy, phải khống chế nghiêm túc trong phạm vi công nghệ.

Nâng cao mật độ dòng điện và giảm nhiệt độ dung dịch có thể nâng cao hiệu suất dòng điện. Vì thế, khi mạ crôm thường sử dụng mật độ dòng điện cao và nhiệt độ thấp. Khi mạ crôm cứng và mạ crôm trang trí thường sử dụng nhiệt độ $45 - 50^{\circ}\text{C}$, mật độ dòng điện $35 - 50 \text{ A/dm}^2$.

II. CÔNG NGHỆ MẠ CRÔM

1. Mạ crôm bảo vệ trang trí

Khi mạ crôm bảo vệ trang trí trên sắt thép hoặc kẽm đúc, thường sử dụng lớp mạ nhiều lớp. Ví dụ: Cu/Ni/ Cr, Ni/ Cu/ Cr v.v. Tính năng bảo vệ của lớp mạ crôm bảo vệ trang trí quyết định bởi tính năng và độ dày lớp mạ trung gian Cu/Ni không nhỏ hơn $25 \mu\text{m}$, trong đó tỷ số giữa Cu với Ni là $6 : 4$. Lớp mạ trung gian có thể là lớp mạ nikén mờ – mạ nikén bóng hoặc mạ nikén bán bóng – mạ nikén bóng. Độ dày lớp mạ crôm trang trí là $0.5 - 1 \mu\text{m}$, khi yêu cầu lớp mạ chịu mài mòn, độ dày có thể tăng lên $2 \mu\text{m}$. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ crôm bảo vệ trang trí, xem bảng 9 – 1.

Bảng 9 – 1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ crôm bảo vệ trang trí

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2
CrO_3	$230 - 270$	$300 - 350$
H_2SO_4	$2.3 - 2.7$	$3 - 3.5$
Cr^{+3}	$2 - 4$	$2 - 4$
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	$48 - 53$	$45 - 55$
Mật độ dòng điện (A/dm^2)	$15 - 30$	$10 - 20$
Anôt	Chì hoặc hợp kim chì (6% – 8% Sb)	

2. Mạ crôm cứng

Độ dày lớp mạ crôm cứng thường là $5 - 80 \mu\text{m}$. Độ dày lớp mạ crôm đặc biệt có thể đạt đến $300 \mu\text{m}$, nhưng độ dày lớp mạ tăng lên, độ bám chắc giữa lớp mạ với kim loại nền giảm đi.

Trong chè tao cơ khí, dao cù, khuôn mẫu, dụng cụ đo v.v. được mạ crôm cứng có thể tăng tuổi thọ gấp $3 - 5$ lần. Mạ crôm cứng có thể mạ phục hồi những chi tiết bị mài mòn. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ crôm cứng xem bảng 9 – 2.

Bảng 9 – 2. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ crôm cứng

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
CrO_3	150 – 180	250	180 – 250
H_2SO_4	1,5 – 1,8	1,25	1,8 – 2,5
H_2SiF_6	–	4,6	–
H_3BO_3			8 – 10
MgO			4 – 5
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	55 – 60	55 – 60	55 – 60
Mật độ dòng điện (A/dm^2)	30 – 45	50 – 80	40 – 80
Anôt	Chì hoặc hợp kim chì Sb	Hợp kim Pb – Sn (Sn 7% hoặc 30 – 70%)	Chì hoặc hợp kim Pb – Sb

Chú ý: – Pha chế 1: Dung dịch mạ crôm thông thường nồng độ thấp.

– Pha chế 2: Dung dịch mạ crôm phức hợp.

– Pha chế 3: Dung dịch mạ crôm nhanh.

3. Đặc điểm thao tác mạ crôm cứng

(1) Mạ crôm cứng có khả năng phán bối kém, khi mạ những chi tiết phức tạp lúc đầu phải sử dụng dòng điện đột kích gấp 2 lần dòng điện bình thường để mạ được lớp mạ crôm đồng đều. Sau đó, tiến hành mạ với dòng điện bình thường.

(2) Khi mạ lớp mạ crôm cứng dày, cần phải tiến hành xử lý chi tiết mạ (tiến hành gia nhiệt chi tiết trong bể mạ hoặc trong bể nước nóng ngoài bể mạ) để tránh kim loại nền bị nở ra trong quá trình mạ, gây bong. Trong quá trình mạ phải khống chế nhiệt độ của dung dịch trong khoảng $\pm 2^{\circ}\text{C}$.

(3) Khi mạ crôm cứng, sử dụng dòng điện lớn, điện áp cao, vì vậy giá treo mạ phải có diện tích điện ngang đủ và tiếp xúc tốt, để đảm bảo được mật độ dòng điện. Thông thường, phải tính toán diện tích tiếp diện ngang dẫn điện là: $120 – 150 \text{ A}/\text{cm}^2$.

(4) Sau khi mạ phải khử hyđrô trên 3 giờ, ở nhiệt độ $180 – 200^{\circ}\text{C}$, để tránh sự giàn hyđrô.

(5) Khi mạ crôm cứng, chi tiết thép đúc không được tẩy dầu hoá học, tẩy dầu điện hóa, tẩy axit để phòng axit và kiềm thâm nhập lỗ xốp thép đúc, dẫn đến không mạ được crôm.

(6) Trong quá trình mạ crôm cứng không để mất điện, bởi vì khi ngắt điện bể mặt lớp mạ crôm bị thu động hóa, độ bám chắc của lớp mạ không tốt.

4. Pha chế dung dịch mạ crôm

(1) Pha chế dung dịch mạ crôm

a) Cân cứ vào thể tích bể mạ, tính toán các loại hoá chất CrO_3 và H_2SO_4 cho vào bể mạ.

b) Cho nước cất vào bể mạ với thể tích bằng $2/3$ thể tích bể mạ.

c) Cho CrO_3 vào bể mạ khuấy đều cho tan hết.

d) Vừa khuấy vừa cho dần dần H_2SO_4 tinh khiết (Hàm lượng gốc SO_4^{2-} trong CrO_3 là 0,1 – 0,3%, vì thế khi cho H_2SO_4 phải tính toán hàm lượng SO_4^{2-} có trong CrO_3).

e) Bổ sung nước cát đến thể tích quy định, khuấy đều, phân tích, điều chỉnh các thành phần trong điều kiện công nghệ.

i) Gia nhiệt dung dịch mạ 50 – 60°C, điện phân với tấm tôn dày có diện tích gấp 3 – 5 lần diện tích anôt, mật độ dòng điện catôt 5 – 10 A/dm² để Cr^{+3} bị khử thành Cr^{+2} trong phạm vi công nghệ, mạ thử đạt yêu cầu đưa vào sản xuất.

(2) Pha chế và bảo vệ dung dịch mạ crôm cứng

Pha chế và bảo vệ dung dịch mạ crôm cứng cũng giống như mạ crôm bảo vệ trang trí.

5. Bảo vệ và khử tạp chất dung dịch mạ crôm bảo vệ trang trí

(1) Bảo vệ dung dịch

a) Mỗi tuần phân tích các thành phần dung dịch một lần và điều chỉnh trong phạm vi công nghệ $CrO_3 : H_2SO_4 = 100 : 0,8 - 100 : 1,3$, hàm lượng Cr^{+3} dưới 6 g/l. Khi hàm lượng Cr^{+3} cao, dùng thanh thép nhỏ làm catôt, sử dụng anôt có diện tích lớn, catôt có diện tích nhỏ ($SA : Sk = 10 : 1 - 30 : 1$), điện phân với mật độ dòng điện 1 – 2 A/dm², đến khi nồng độ Cr^{+3} giảm đi đến phạm vi công nghệ.

b) Anôt không hòa tan là hợp kim Pb – Sb, (Sb 6 – 8%) thường xuyên rửa thanh dẫn điện anôt, catôt để đảm bảo tiếp điện tốt.

c) Nhiệt độ dung dịch mạ crôm cứng cao, dung dịch bay hơi gây tổn thất dung dịch và ô nhiễm môi trường. Để đề phòng sự bay hơi, cho chất kiềm chê bay hơi hoặc hút độc ở hai thành bể mạ.

d) Khi làm xong phải lấy chi tiết rời vào bể mạ, để bảo vệ dung dịch mạ.

e) Khi mạ crôm cứng, nước bay hơi nhanh, phải kịp thời bổ sung nước để bảo đảm dung dịch ổn định.

(2) Khử tạp chất

a) Ion Clo

Khi ion clo vượt quá 0,4 g/l lớp mạ đen, tối. Phương pháp khử: gia nhiệt dung dịch trên 60°C, điện phân với mật độ dòng điện catôt 1,5 – 2 A/dm².

b) Gốc NO_3^-

Khi hàm lượng NO_3^- trên 1 g/l lớp mạ không bóng, đen, chõ mật độ dòng điện thấp không có lớp mạ. Phương pháp khử: gia nhiệt dung dịch 65 – 70°C, điện phân dung dịch có thể khử đi NO_3^- , nếu hàm lượng gốc SO_4^{2-} quá cao có thể dùng $BaCO_3$ để kết tủa SO_4^{2-} , sau đó điện phân thì hiệu quả càng tốt.

c) Tạp chất kim loại khác

Khi hàm lượng tạp chất sắt trong dung dịch vượt quá 8 g/l, tạp chất đồng vượt quá 5 g/l, dung dịch dẫn điện không tốt, khả năng phân bố giảm, độ bền chống gỉ giảm. Tạp chất ion đồng, sắt, kẽm có thể khử đi bằng nhựa trao đổi ion “732”.

6. Những sự cố và phương pháp khắc phục

Các loại dung dịch mạ crôm thành phần cơ bản giống nhau, chỉ có khác là hàm lượng và chế độ làm việc. Vì vậy, sự cố xảy ra trong các dung dịch mạ crôm khác nhau cơ bản giống nhau. Những sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục của mạ crôm trang trí xem bảng 9 – 4, của mạ crôm cứng xem bảng 9 – 5.

Bảng 9 – 4. Những sự cố và phương pháp khắc phục của mạ crôm trang trí

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Khả năng phân bố kém	1. Nhiệt độ cao, mật độ dòng điện nhỏ; 2. Hàm lượng H_2SO_4 cao.	1. Giảm nhiệt độ, nâng cao mật độ dòng điện; 2. Xử lý bằng $BaCO_3$.
Lớp mạ không bóng	1. Nhiệt độ dung dịch thấp hoặc mật độ dòng điện cao; 2. Hàm lượng H_2SO_4 thấp; 3. Hàm lượng Cr^{3+} cao; 4. Hàm lượng tạp chất Fe cao.	1. Tăng nhiệt hoặc giảm mật độ dòng điện; 2. Phân tích bổ sung; 3. Điện phân với diện tích anot lớn, catot nhỏ; 4. Xử lý bằng nhựa trao đổi ion.
Lớp mạ crôm cùng lớp mạ nikén bóng	1. Xử lý bề mặt trước khi mạ nikén không sạch; 2. Nội ứng lực lớp mạ nikén lớn.	1. Tăng cường xử lý bề mặt kim loại nền; 2. Xử lý dung dịch mạ nikén.
Cục bộ không có lớp mạ crôm	1. Dẫn điện không tốt; 2. Chi tiết có hình dáng phức tạp không có anot phụ; 3. Hàm lượng H_2SO_4 cao; 4. Không bịt lỗ.	1. Cải tiến giá treo; 2. Chọn anot phù hợp; 3. Xử lý bằng $BaCO_3$; 4. Dùng chất đeo hoặc chì bịt lỗ.

Bảng 9 – 5. Những sự cố và phương pháp khắc phục khi mạ crôm cứng

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Lớp mạ bóng	1. Xử lý bề mặt trước khi mạ không sạch; 2. Ngã điện trong quá trình mạ; 3. Thời gian giữ nhiệt chi tiết ngắn; 4. Hàm lượng H_2SO_4 cao.	1. Tăng cường xử lý trước khi mạ; 2. Khi mạ crôm lại, tiến hành xử lý hoạt hóa anot hoặc xử lý hoạt hóa catot mật độ dòng điện nhỏ; 3. Tăng cường thời gian giữ nhiệt; 4. Xử lý bằng $BaCO_3$.
Không mạ được chi tiết đặc, chỉ có hydro thoát ra	1. Ăn mòn quá độ trước khi mạ; 2. Khi xử lý anot làm lò grafit; 3. Mật độ dòng điện thấp.	1. Sau khi già công lại mồi mạ; 2. Sau khi già công lại mồi mạ; 3. Nâng cao mật độ dòng điện.
Lớp mạ thô	1. Mật độ dòng điện cao; 2. Khoảng cách giữa anot, catot gần; 3. Chỗ lồi của chi tiết không dùng catot bảo vệ; 4. Hàm lượng H_2SO_4 cao.	1. Giảm mật độ dòng điện; 2. Điều chỉnh cự ly giữa anot, catot thích hợp; 3. Sử dụng hợp lý catot bảo vệ; 4. Xử lý bằng $BaCO_3$.

Chương 10

MA BẠC

Bạc là kim loại màu trắng, dẻo dát mỏng, kéo dài, dễ đánh bóng, có độ phản quang tốt, dẫn nhiệt, dẫn điện tốt, tính hàn tốt. Bạc có tính ổn định hóa học cao. Không tác dụng với ôxi không khí và nước, nhưng dễ hòa tan trong HNO_3 loãng và H_2SO_4 đặc nóng. Trong không khí có hợp chất clo, lưu huỳnh, lớp mạ biến màu, xấu, tính phản quang kém.

Những chi tiết trong công nghiệp điện tử, chế tạo đồng hồ đo, vô tuyến điện, mạ bạc được sử dụng rộng rãi để làm giảm điện thế tiếp xúc, nâng cao tính hàn kim loại. Mạ bạc trắng trí cho các dụng cụ gia đình, đồ ăn, các loại công nghệ phẩm khác. Mạ để tăng độ phản quang cho các thiết bị chiếu sáng và các dụng cụ quang học khác.

Dung dịch mạ bạc có hai loại: dung dịch mạ bạc xianua và dung dịch mạ bạc không có xianua. Những năm gần đây đã nghiên cứu rất nhiều về dung dịch không có xianua, nhưng chưa có đột phá quan trọng, thực tế sản xuất vẫn dùng dung dịch xianua.

I. XỬ LÝ TRƯỚC KHI MẠ

Các công nghệ xử lý trước khi mạ bạc bao gồm tẩy dầu, tẩy axit v.v. về cơ bản giống như các công nghệ mạ điện khác, nhưng kim loại nền mạ bạc thường là đồng và đồng hợp kim, nếu trực tiếp mạ bạc, độ bám chắc kém. Bởi vì, điện thế điện cực bạc dương khi đồng nhúng vào dung dịch mạ bạc, sẽ sinh ra phản ứng trao đổi giữa ion bạc với đồng ($\text{Cu} + 2\text{Ag}^+ = \text{Cu}^{+2} + 2\text{Ag}$), sinh thành lớp mạ bạc thô, ròn. Vì vậy, chi tiết đồng trước khi mạ bạc cần phải tiến hành xử lý đặc biệt, để đảm bảo lớp mạ bạc gắn chắc với kim loại nền. Công nghệ xử lý thường dùng là phương pháp hồn hổng hóa, thấm bạc hoặc mạ lót bạc.

1. Hồn hổng hóa

Chi tiết nhúng vào dung dịch muối thủy ngân và chất tạo phún tạo thành hợp kim đồng thủy ngân, mịn, che phủ tốt. Bởi vì, điện thế thủy ngân dương hơn so với bạc. Vì vậy, khi mạ bạc không sinh ra phản ứng trao đổi của bạc, độ bám chắc tốt. Chi tiết sau khi xử lý hồn hổng hóa, rửa nước sạch, mạ bạc. Thành phần và chế độ công nghệ hồn hổng hóa xem bảng 10 - 1.

Bảng 10 – 1. Thành phần dung dịch và chế độ hồn hóng hóa

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>
HgO	5 – 10	5 – 8
KCN	50 – 100	
Na ₂ S ₂ O ₃ · 5H ₂ O		230 – 250
Nhiệt độ (°C)	Thường	Thường
Thời gian (phút)	3 – 5	3 – 5

2. Thẩm bạc

Thủy ngân rất độc, làm ô nhiễm môi trường, mạ lót bạc thê hồn hóng hóa nhúng chi tiết vào trong dung dịch muối bạc nồng độ thấp và chất tạo phức nồng độ cao, để hình thành lớp mạ mịn, bám chắc tốt trên bề mặt chi tiết. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ xem bảng 10 – 2.

Bảng 10 – 2. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ thẩm bạc

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>
AgNO ₃	15 – 20	
Ag (ở dạng Ag ₂ SO ₄)		0,5 – 0,6
CS(NH ₂) ₂	200 – 250 (bão hòa)	
Na ₂ SO ₄		100 – 200
pH	4	
Nhiệt độ (°C)	Thường	Thường
Thời gian (giây)	60 – 120	3 – 10

Chú ý: Sau khi thẩm bạc, cần phải rửa sạch để tránh làm hồn dung dịch mạ bạc

3. Mạ lót bạc

Trước khi mạ bạc, trước tiên cần phải mạ chi tiết trong dung dịch muối bạc nồng độ thấp và chất tạo phức nồng độ cao, đồng thời sử dụng mật độ dòng điện cao, để được lớp mạ bạc mỏng, độ bám chắc tốt, tránh sinh ra phản ứng trao đổi. Sắt thép, hợp kim nikten, đồng và hợp kim đồng yêu cầu cao, cần mạ một lớp đồng, sau đó mạ lót bạc, cuối cùng mạ bạc. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ lót bạc xem bảng 10 – 3.

Bảng 10 – 3. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ lót bạc

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	
		<i>1</i>	<i>2</i>
AgCN	1 – 2	2 – 3	1 – 2
KCN	60 – 120	60 – 75	60 – 120
CuCN		10 – 15	
Nhiệt độ (°C)	Thường	20 – 30	Thường
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	2 – 3	1,5 – 2,5	2 – 3
Thời gian (giây)	5 – 10	5 – 10	5 – 10

Chú ý: – Pha chế 1: Dùng để mạ kim loại màu

– Pha chế 2: Dùng để mạ sắt thép (mạ lót trước lớp thứ nhất và mạ lót lớp thứ hai)

II. MẠ BẠC DUNG DỊCH XIANUA

Ưu điểm mạ bạc dung dịch xianua: dung dịch ổn định, hiệu suất dòng điện cao, khả năng phân bố tốt, kết tinh mịn, bóng.

Nhược điểm: hợp chất xianua độc, gây ô nhiễm môi trường.

1. Thành phần và chế độ công nghệ

Thành phần và chế độ công nghệ, xem bảng 10 – 4.

Bảng 10 – 4. Thành phần và chế độ công nghệ mạ bạc xianua

<i>Thanh phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
AgCl	35 – 40	30 – 40	
AgNO ₃			70 – 90
KCN (tổng)	65 – 80	45 – 80	100 – 125
KCN (tự do)	35 – 45	30 – 35	45 – 75
KNO ₃			70 – 90
K ₂ CO ₃		18 – 50	
Chất làm bóng (ml/l)		5 – 10	
NH ₄ OH (ml/l)		0,5	
Nhiệt độ (°C)	Thường	Thường	Thường
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	0,1 – 0,5	0,3 – 0,8	1 – 3,6

Chú ý: – Pha chế 1: Mạ bạc thường.

– Pha chế 2: Mạ bạc bóng.

– Pha chế 3: Mạ bạc bóng nhanh.

2. Tác dụng các thành phần dung dịch

(1) Hàm lượng bạc

Muối bạc là muối chính trong dung dịch, cùng với chất tạo phức tạo thành muối phức xianua bạc, là nguồn cung cấp ion bạc. Hàm lượng muối bạc cao, có thể làm tăng độ dẫn điện dung dịch, nâng cao tốc độ kết tủa, sử dụng mật độ dòng điện cao, nhưng nếu hàm lượng quá cao lớp mạ sẽ bị thô. Hàm lượng muối bạc thấp, tính ổn định của muối phức xianua bạc mạnh, có thể nâng cao phản ứng catôt và khả năng phân bố, lớp mạ mịn, anot hòa tan nhanh.

(2) KCN

KCN là chất tạo phức, tính tạo phức mạnh, tác dụng với bạc tạo phức $[Ag(CN)_2]^{-1}$, có tác dụng nâng cao phản ứng catôt lớp mạ kết tinh mịn, đồng đều, anot hòa tan tốt.

(3) K_2CO_3

K_2CO_3 là muối dẫn điện trong dung dịch, nâng cao độ dẫn điện, tăng tốc độ kết tủa, cải thiện màu sắc lớp mạ. Trong không khí, dung dịch hấp thụ CO_2 tạo nên K_2CO_3 , không ngừng tăng lên trong dung dịch, vì thế khi pha mới, thông thường không bô sung K_2CO_3 , khi hàm lượng K_2CO_3 vượt quá 80 g/l, sẽ làm tăng phản ứng anôt.

(4) KNO_3

KNO_3 là muối dẫn điện trong dung dịch, dùng để mạ bạc bóng nhanh, làm tăng độ dẫn điện dung dịch, nâng cao giới hạn trên mật độ dòng điện, lớp mạ bóng, dung dịch ổn định, anôt hòa tan tốt.

(5) Chất phụ gia

Chất phụ gia có tác dụng nâng cao phản ứng anôt, làm cho lớp mạ mịn, bóng. Chất phụ gia dùng để mạ bạc bóng và mạ bóng nhanh, nhưng phải khống chế hàm lượng, nếu không lớp mạ sẽ bị giòn.

3. Ảnh hưởng của chế độ công nghệ

(1) Nhiệt độ dung dịch

Nâng cao nhiệt độ dung dịch có thể nâng cao mật độ dòng điện, nâng cao tốc độ kết tủa. Nhưng nếu nhiệt độ quá cao, làm tăng nhanh sự bay hơi dung dịch và sinh thành muối cacbonat, khí độc bay ra, dung dịch không ổn định. Thông thường mạ bạc ở nhiệt độ thường.

(2) Mật độ dòng điện

Chọn mật độ dòng điện có quan hệ với tính chất, nồng độ dung dịch, nhiệt độ và khuấy dung dịch. Hàm lượng muối bạc cao, dùng chất phụ gia thích hợp, mạ nhiệt độ cao và di động catôt, có thể sử dụng mật độ dòng điện cao. Nhưng nếu nhiệt độ cao quá, lớp mạ kết tinh thô hoặc dạng bọt biển, độ bóng kém.

(3) Pha chế dung dịch bằng muối kali

Dung dịch có độ dẫn điện cao, dùng mật độ dòng điện cao, tác dụng phản ứng anôt cao, được lớp mạ mịn, đồng đều, đồng thời hàm lượng lưu huỳnh muối kali nhỏ hơn muối natri, độ hòa tan muối cacbonat cao.

4. Pha chế dung dịch mạ bạc xinua

(1) Pha chế muối bạc thông thường

a) Điều chế $AgCl$

Tính toán số lượng $AgNO_3$ và $NaCl$ tham gia phản ứng, hòa tan riêng biệt vào trong bình có nước cất thích hợp (điều chế 1g $AgCl$ cần 1,18 g $AgNO_3$ và 0,5 g $NaCl$), vừa khuấy vừa lấy dung dịch $NaCl$ đã hòa tan (dung dịch $NaCl$ 50%), cho từ từ vào dung dịch $AgNO_3$ để tạo thành kết tủa $AgCl$, gạn đi dung dịch đã lắng trong trên kết tủa $AgCl$, rửa 4 – 5 lần bằng nước khử ion, để loại bỏ $NaNO_3$. Trong quá trình điều chế $AgCl$, phải tránh ánh sáng, để phòng $AgCl$ biến màu.

b) Pha chế dung dịch

Hòa tan KCN vào trong bể có nước khử ion bằng 1/3 thể tích, vừa khuấy, vừa cho AgCl đã điều chế vào trong dung dịch KCN, làm cho AgCl hòa tan hoàn toàn. Hòa tan K₂CO₃ vào trong nước khử ion, vừa khuấy, vừa cho và bể, cuối cùng pha loãng bằng nước khử ion đến thể tích quy định, khuấy đều. Phân tích và điều chỉnh dung dịch trong phạm vi quy định, điện phân với mật độ dòng điện nhỏ (0,1 – 0,3 Adm²), thời gian 4 giờ, mạ thử.

(2) Pha chế dung dịch xi'anua bóng

Pha chế dung dịch mạ bạc xi'anua bóng giống như dung dịch mạ bạc thông thường, sau đó cho chất làm bóng và NH₄OH, làm loãng dung dịch đến thể tích quy định, khuấy đều, điện phân, mạ thử.

(3) Pha chế dung dịch mạ bạc xi'anua bóng nhanh

Hòa tan KCN (tổng hàm lượng) vào trong nước khử ion, khuấy đều hòa tan hoàn toàn. Hòa tan AgNO₃ vào trong bình khác có chứa nước khử ion, sau đó cho vào bể mạ, cho chất làm bóng, cho nước khử ion, làm loãng đến thể tích quy định, khuấy đều, điện phân với mật độ dòng điện nhỏ (0,1 – 0,3 A/dm²), phân tích, điều chỉnh dung dịch trong phạm vi quy định, mạ thử.

5. Bảo vệ và khử tạp chất dung dịch mạ bạc xi'anua

(1) Bảo vệ dung dịch

- Phân tích các thành phần dung dịch một tuần một lần, kịp thời điều chỉnh trong phạm vi quy định.
- Yêu cầu nguyên liệu anôt: Bạc có độ tinh khiết cao, không thấp hơn 99,97%. Nếu bạc độ tinh khiết không cao, trong quá trình điện phân, trên bề mặt anôt hình thành màng đen, dẫn đến lớp mạ thô.
- Dung dịch mạ bạc xi'anua tương đối ổn định, quản lý dễ dàng. Không chế hàm lượng KCN (tự do): Ag = (2 – 3) : 1 là tốt nhất.
- Cần định kỳ lọc dung dịch, loại bỏ hạt chất rắn trong dung dịch.

(2) Khử tạp chất

- Hàm lượng tạp chất Cu⁺², Pb⁺² quá cao, độ bằng phẳng lớp mạ kém, lớp mạ đen, tối, không thường xử lý điện phân với mật độ dòng điện nhỏ.
- Phương pháp khử tạp chất hữu cơ: Vừa khuấy vừa cho than hoạt tính 3 – 5 g/l, khuấy 2 giờ, để lắng 4 – 8 giờ, rồi lọc.

6. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ bạc xi'anua

Những sự cố và phương pháp khắc phục xem bảng 10 – 5.

Bảng 10 – 5. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ bạc xianua

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Lớp mạ bám không chắc	1. Xử lý mực khí mạ không tốt; 2. Mạ lót không tốt; 3. Hàm lượng bạc thấp.	1. Tăng cường xử lý bề mặt; 2. Thời gian mạ lót không quá dài, tăng cường rửa sau khi mạ, mạ xong không để thời gian dài; 3. Bổ sung muối bạc.
Lớp mạ thô, đen, dạng bột biến	Mật độ dòng điện cao	Giảm mật độ dòng điện
Lớp mạ vàng, màu dù nhạt	1. Hàm lượng Ag thấp; 2. Dung dịch bẩn.	1. Bổ sung muối bạc. 2. Giảm hàm lượng KCN tự do.
Lớp mạ bạc bóng có vết, anot đen	Chất làm bóng thiểu	Xử lý than hoạt tính, lọc
Khả năng phản bối kém, độ dày không đồng đều	1. Hàm lượng KCN tự do thấp; 2. Hàm lượng Ag cao; 3. Không có muối cacbonat; 4. Không khuấy dung dịch.	1. Bổ sung dung dịch; 2. Làm loãng dung dịch, dùng anot phối hợp; 3. Cho muối cacbonat; 4. Di động catôt.
Lớp mạ đen, có vết, anot đen	1. Hàm lượng KCN tự do thấp; 2. Dung dịch bẩn.	1. Bổ sung KCN; 2. Xử lý than hoạt tính.
Lớp mạ bình thường, anot đen	1. Anot không tinh khiết; 2. Trong dung dịch có tạp chất kim loại; 3. Trong dung dịch có lưu huỳnh; 4. KCN tự do thấp.	1. Thay thế anot; 2. Xử lý điện phân; 3. Xử lý dung dịch; 4. Bổ sung dung dịch.

III. DUNG DỊCH MẠ BẠC THIOSUNPHAT

Dung dịch mạ bạc Thiosunphat dùng muối Thiosunphat làm muối phức, cho AgCl, AgBr và Na₂S₂O₃. Đặc điểm công nghệ là thành phần ổn định, đơn giản, kết tinh mịn, bóng, có màu bạc trắng, sau khi mạ xong không cần phải làm bóng, tinh biến màu lớp mạ tốt hơn lớp mạ bạc xianua. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ bạc muối Thiosunphat xem bảng 10 – 6.

Bảng 10 – 6. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ bạc muối Thiosunphat

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2
AgNO ₃	40 – 45	35 – 45
(NH ₄) ₂ S ₂ O ₃	250 – 315	
Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O		200 – 250
CH ₃ COONH ₄		20 – 30
CH ₃ N ₃ S		0,6 – 0,8
K ₂ S ₂ O ₈	35 – 45	40 – 45
Nhiệt độ (°C)	Thường	Thường
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	0,1 – 0,3	0,1 – 0,3
pH	5 – 6	5 – 6
Tỷ lệ diện tích anot: catôt	3 : 1	2 : 1

Chú ý: – Pha chế 1: dùng đê ma treo.

– Pha chế 2: dùng đê ma quay.

1. Tác dụng các thành phần dung dịch

(1) AgNO_3

AgNO_3 là muối chính trong dung dịch, cung cấp ion Ag^+ . Nếu hàm lượng thấp, mật độ dòng điện giảm, tốc độ kết tủa chậm. Nếu hàm lượng cao, phạm vi sử dụng mật độ dòng điện lớn, nhưng kết tinh thô, anot thu động, tính ổn định dung dịch kém, khả năng phân bố thấp. Thông thường không chế hàm lượng trong khoảng 40 – 50 g/l.

(2) Chất tạo phức

$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$ và $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_3$ là chất tạo phức, thông thường sử dụng phối hợp, cùng với ion Ag^+ tạo thành ion phức, rất ổn định, phản ứng catot lớn, tính năng dung dịch và chất lượng lớp mạ tốt.

(3) CH_3COOH và $\text{CH}_3\text{COONH}_4$

CH_3COOH dùng để điều chỉnh pH, cùng với $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ tạo thành dung dịch đậm, bảo đảm $\text{pH} = 5 - 6$, CH_3COOH còn làm giảm độ giòn lớp mạ.

(4) $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$

$\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$ là chất hoạt động bề mặt, làm cho lớp mạ kết tinh mịn, anot hòa tan bình thường, không sinh ra màng đen, không chế hàm lượng trong khoảng 0,5 – 0,8 g/l.

2. Ảnh hưởng của chế độ công nghệ

(1) Nhiệt độ

Không chế nhiệt độ trong khoảng 25 – 35 °C là thích hợp, dung dịch dễ bay hơi. Nhiệt độ thấp, mật độ dòng điện thấp, tốc độ kết tủa chậm, lớp mạ thô.

(2) Mật độ dòng điện

Mật độ dòng điện 0,1 – 0,3 A/dm² thì lớp mạ tốt. Mật độ dòng điện lớn hơn 0,4 A/dm², lớp mạ thô, đen. Nếu mật độ dòng điện quá lớn, phá hủy dung dịch, xung quanh catot có kết tủa màu đen.

(3) Giá trị pH

Duy trì $\text{pH} = 5 - 6$ là tốt nhất. Nếu $\text{pH} > 7$, ion Ag^+ sẽ bị ôxi hóa thành hợp chất ôxi hóa trị cao dạng bạc keo, tính ôxi hóa mạnh. Khi pH thấp $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$ dễ bị phân hủy thành SO_2 và S làm giảm tính ổn định dung dịch.

3. Pha chế dung dịch

- Hòa tan $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$ vào trong bể mạ có nước khử ion bằng 1/3 thể tích.
- Hòa tan từng phần riêng biệt AgNO_3 và $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_3$ trong nước khử ion với 1/3 thể tích, vừa khuấy vừa cho dần dần $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_3$ vào trong dung dịch AgNO_3 , tạo thành dung dịch đặc $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

- Lập tức cho dần dần dung dịch đặc $\text{Ag}_2\text{S}_2\text{O}_3$ vào dung dịch $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$, tạo thành dung dịch màu vàng nhạt, để yên 12 giờ, lọc, cho chất phụ gia, cho nước khử ion đèn thè tích quy định.

4. Bảo vệ dung dịch

- Mỗi tuần phân tích các thành phần dung dịch một lần đảm bảo tỷ lệ:

$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_3 : (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3 : \text{AgNO}_3 = 1 : 5 : 1$ là tốt nhất, cho đồng thời hỗn hợp AgNO_3 với $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_3$ theo tỷ lệ 1 : 1, không được cho trực tiếp AgNO_3 vào dung dịch $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$ để tránh sinh ra Ag_2S kết tủa màu đen.

- Điều chỉnh pH dung dịch, dùng axit yếu đã làm loãng, không dùng axit mạnh, để đảm bảo tính ổn định dung dịch.

– Không chế sự tích lũy của tạp chất kim loại, khi $\text{Cu}^{+2} > 5\text{ g/l}$, $\text{Pb}^{+2} > 0.5\text{ g/l}$, mật độ dòng điện thấp, lớp mạ đen, dung dịch kết tủa. Xử lý với mật độ dòng điện thấp $0.1 - 0.2\text{ A/dm}^2$ có thể khử tạp chất Cu^{+2} , Pb^{+2} .

Những sự cố và phương pháp khắc phục xem bảng 10 – 7.

Bảng 10 – 7. Những sự cố và phương pháp khắc phục

Sự cố	Nguyên nhân	Các khắc phục
Độ bám chất lớp mạ kém	1. Xử lý trước khi mạ không tốt; 2. Mạ lót không tốt.	1. Tăng cường xử lý trước khi mạ; 2. Xử lý mạ lót.
Tốc độ kết tủa chậm	1. Hàm lượng Ag thấp; 2. Hàm lượng $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$ thấp; 3. pH cao; 4. Nhiệt độ cao.	1. Làm loãng dung dịch, dùng anôt phổi hợp; 2. Bổ sung $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$; 3. Điều chỉnh pH; 4. Giảm nhiệt độ.
Lớp mạ không tốt có màu vàng	1. Lớp mạ mỏng; 2. Xử lý sau khi mạ không tốt	1. Tăng thời gian mạ; 2. Tăng cường xử lý sau khi mạ.

IV. PHƯƠNG PHÁP CHỐNG BIẾN MÀU BẠC

Lớp mạ bạc dễ tác dụng với hợp chất lưu huỳnh, tạo thành Ag_2S làm lớp mạ biến màu, sinh thành màu vàng, nâu, thậm chí màu đen, ánh hưởng nghiêm trọng đến chất lượng bề ngoài, tính phản quang, làm giảm tính dẫn điện và tính hàn.

1. Nguyên nhân biến màu bạc

– Đặc tính cơ bản của bạc là dễ tác dụng với lưu huỳnh. Trong điều kiện giá nhiệt, bạc tác dụng với lưu huỳnh, H_2S , SO_2 và hợp chất lưu huỳnh trong cao su, keo gỗ, tạo thành Ag_2S khó hòa tan.

– Sau khi mạ bạc, rửa bê mặt lớp mạ không sạch, trên bê mặt còn dung dịch mạ có in Ag^+ , làm bạc biến màu.

– Khi bê mặt lớp mạ có nhiều lỗ xốp, thô, dễ tiếp xúc với nước, chất ăn mòn trong không khí làm lớp mạ biến màu.

Tóm lại, những nhân tố như: độ tinh khiết, độ mịn lớp mạ, xử lý sau khi mạ, tạp chất kim loại và phi kim loại, điều kiện công nghệ mạ v.v. đều có quan hệ với sự biến màu bạc.

2. Phương pháp chống biến màu bạc

Trong thực tế sản xuất, phương pháp chống biến màu lớp mạ bao gồm các phương pháp: thu động hóa học, thu động điện hóa, mạ kim loại quý, sơn lớp màng hữu cơ bảo vệ, công nghệ mới chống biến màu v.v.

(1) Thu động hóa học

Phương pháp xử lý hóa học làm cho lớp mạ bạc tạo thành màng thu động có thành phần Ag_2O , CrO_3 , Ag_2CrO_4 , để phòng lớp mạ bạc tác dụng với hợp chất lưu huỳnh, chống sự biến màu. Quy trình công nghệ thu động hóa học như sau: Tẩy bóng dung dịch $\text{CrO}_3 \rightarrow$ Khử màng dung dịch $\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow$ Thu động hóa học.

Thành phần chủ yếu dung dịch thu động hóa học là CrO_3 hoặc K_2CrO_4 và HNO_3 , phương pháp này gây ô nhiễm môi trường, tăng phi bạc, khả năng chống biến màu kém.

(2) Thu động điện hóa

Sau khi rửa sạch dung dịch mạ bạc, tiến hành thu động hóa trên catôt, trên bề mặt lớp mạ hình thành màng thu động muối Crômát tinh kiềm không làm thay đổi tính hàn và độ bóng bề ngoài lớp mạ bạc, khả năng chống biến màu tốt. Thành phần chủ yếu dung dịch thu động điện hóa là K_2CrO_4 , KNO_3 , Na_2CO_3 và Al(OH)_3 ở dạng keo. Phương pháp này làm ô nhiễm môi trường.

(3) Mạ kim loại quý

Tạo lớp mạ bạc, mạ một lớp kim loại quý hoặc hợp kim quý. Ví dụ như mạ bạc, mạ vàng, mạ Pd, mạ Pt v.v. và hợp kim của chúng. Phương pháp này có tác dụng chống sự biến màu, tăng độ dẫn điện, độ phản quang, tính hàn, nhưng giá thành cao, không chế công nghệ khó, thường dùng để mạ những chi tiết chính xác, tính ổn định tốt, chịu mài mòn cao.

(4) Sơn lớp màng hữu cơ

Trên bề mặt lớp mạ bạc sơn lớp màng hữu cơ, mỏng, trong suốt, cách ly lớp mạ với không khí. Lớp màng này có hiệu quả chống biến màu tốt, nhưng ảnh hưởng đến tính dẫn điện, tính hàn và bề ngoài.

(5) Công nghệ mới chống sự biến màu

Công nghệ mới chống sự biến màu thao tác đơn giản, chống bạc biến màu, không ảnh hưởng đến tính hàn và độ dẫn điện. Chất chống biến màu bạc như sau:

- Chất chống biến màu bạc SY;
- Bột bảo vệ bạc.

Những chất này có bán trên thị trường, làm theo hướng dẫn của người sản xuất.

V. THU HỒI BẠC

1. Thu hồi bạc trong dung dịch nước thải không có xianua

– Điều chỉnh pH dung dịch nước thải bằng NaOH 20%, có pH = 8 – 9, cho Na₂S để sinh thành Ag₂S kết tủa.

– Rửa kết tủa Ag₂S kết tủa bằng nước, sau đó lọc, cho kết tủa vào trong cốc, nung ở nhiệt độ 800 – 900°C để khử lưu huỳnh đến khi thành bạc. Sau đó để nguội, cứ 100 g kết tủa cho 10 g hàn the và 5 g NaCl, cho vào cốc nung được bạc thô. Sau đó, hòa tan trong dung dịch HNO₃, khử màu bằng than hoạt tính, lọc.

– Cô dung dịch lọc thành dung dịch đặc, AgNO₃ sẽ tách ra, phân ly AgNO₃ với dung dịch bằng giấy lọc. Sấy, AgNO₃ kết tinh, có thể dùng để pha chế dung dịch. Nếu AgNO₃ có độ tinh khiết không cao, có thể dùng phương pháp kết tinh nhiều lần để được độ tinh khiết cao.

2. Thu hồi bạc trong dung dịch nước thải xianua

(1) Phương pháp hóa học

Trong điều kiện có quạt hút, cho vào dung dịch nước thải axit HCl quá lượng, làm cho toàn bộ ion bạc tao thành AgCl kết tủa, để lắng dung dịch, nghiêng đổ đi, rửa kết tủa AgCl bằng nước sạch nhiều lần, dùng dung dịch KCN hòa tan AgCl kết tủa, tạo thành dung dịch muối phức bạc, được dùng lại trong dung dịch mạ bạc xianua.

(2) Phương pháp điện hóa

Dùng thép không gỉ làm anot, catot, điện phân với mật độ dòng điện cao, làm cho bạc kết tủa trên catot, rửa bạc kết tủa trên catot, sau đó điều chế.

Chương 11

MẠ VÀNG

Lớp mạ vàng chịu ăn mòn mạnh, có khả năng chống biến màu tốt. Lớp mạ hợp kim vàng có nhiều loại màu sắc đẹp, thường dùng để mạ trang trí như đồng hồ, sản phẩm nghệ thuật v.v. Lớp mạ vàng có điện trở tiếp xúc thấp, dẫn điện thấp, dễ hàn, chịu nhiệt độ cao, chịu mài mòn nhất định nên được dùng rộng rãi để mạ đồng hồ chính xác, bản in, mạch điện tiếp xúc tốt, chi tiết có tham số ổn định lâu dài trong công nghiệp điện tử và hàng không. Dung dịch mạ thường dùng là dung dịch xianua, dung dịch axit, trung tính, dung dịch muối sunphit.

I. MẠ VÀNG DUNG DỊCH XIANUA

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

Mạ vàng dung dịch xianua có khả năng phân bố tốt, dung dịch ổn định, dễ thao tác, lớp mạ vàng có độ xóp lớn, chịu mài mòn và chống giẻ kém. Do hàm lượng xianua cao, độc hại, gần đây đã sử dụng giảm đi, dùng để mạ trang trí mỏng. Do độ kiềm dung dịch mạ vàng xianua lớn, nên không sử dụng để mạ mạch điện in. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng xianua xem bảng 11 – 1.

Bảng 11 – 1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng xianua

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5	6	7	8
KAu(CN) ₂	12	5 – 16	2	4 – 5	4	2	3	2
KCN	90	30	8	15 – 25	16	8	8	4
Na ₂ HPO ₄			16			16	16	16
K ₂ HPO ₄	15	30						
KNiCN) ₂						1.3		1
KCu(CN) ₂						0.5		3.5
KAu(CN) ₂	0.3					0.5		3.5
K ₂ Co(CN) ₂					12			
K ₂ CO ₃		30		15	10			
Na ₂ S ₂ O ₃	20							
pH		12	12	8 – 9				
Nhiệt độ (°C)	21	60 – 65	60 – 70	60 – 70	70	60	60	66
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	0.5	0.1 – 0.5	0.3 – 0.5	0.05 – 0.1	0.2	0.3	0.1	0.3 – 0.5
Anot	Bạch kim, tí tan	Bạch kim, tí tan	Thép không gi	Vàng bạch kim	Vàng	Thép không gi	Thép không gi	Thép không gi

2. Tác dụng các thành phần trong dung dịch

(1) $KAu(CN)_6$

$KAu(CN)_6$ là muối chính, nguồn cung cấp vàng. Hàm lượng vàng thấp, lớp mạ màu đỏ, thô. Hòa tan $KAu(CN)_6$ trong nước khử ion, sau đó cho vào dung dịch.

(2) KCN

KCN là chất tạo phloc, sự tồn tại của KCN tự do thích hợp làm dung dịch ổn định, lớp mạ kết tinh mịn, anot hòa tan tốt. Nếu hàm lượng thấp thì dung dịch không ổn định, lớp mạ thô, độ bóng không tốt.

(3) Muối cacbonat

Muối cacbonat làm tăng độ dẫn điện, cải thiện khả năng phản bội. Nhưng trong quá trình làm việc không cho muối cacbonat, bởi vì thời gian dài, CO_2 không khí đi vào dung dịch, tạo muối cacbonat.

(4) Muối photphat

Muối photphat là chất đậm, làm cho dung dịch ổn định, cải thiện độ bóng lớp mạ.

(5) Chất phụ gia nikén, coban

Những chất này có tác dụng nâng cao độ cứng, chịu mài mòn của lớp mạ.

3. Ảnh hưởng của chế độ công nghệ

(1) Giá trị pH

pH ảnh hưởng tới sự hình thành phloc trong dung dịch, đến bề ngoài và độ cứng. Cần phải khống chế pH trong phạm vi quy định. pH cao hoặc thấp làm cho bề ngoài lớp mạ không tốt, độ cứng giảm đi.

(2) Nhiệt độ

Nhiệt độ ảnh hưởng tới phạm vi sử dụng mật độ dòng điện và bề ngoài lớp mạ, ảnh hưởng ít đến độ dẫn điện. Nâng cao nhiệt độ có thể nâng cao phạm vi sử dụng dòng điện. Nhưng nếu mật độ dòng điện cao, lớp mạ thô, màu đỏ có khi tối và đen. Nhiệt độ thấp, phạm vi sử dụng mật độ dòng điện nhỏ, lớp mạ giòn.

(3) Mật độ dòng điện

Thông thường sử dụng mật độ dòng điện thấp. Khi dòng điện cao, trên catôt thoát ra nhiều khí hydro, hiệu suất dòng điện giảm.

4. Pha chế dung dịch mạ vàng

(1) Pha chế $AuCl_3$

Cắt vàng thành những mảnh vụn. Hòa tan vàng trong nước cương thuy nồng (1g vàng cần 2,7 ml HNO_3 và 8 ml HCl đặc). Sau khi hòa tan hết, cù đặc bằng cách già nhiệt (không vượt quá $100^{\circ}C$ để tránh sinh ra vàng hóa trai mội, không hòa tan trong nước). Khử NO_2 , được hợp chất $AuCl_3$, màu đỏ, để nguội.

(2) Điều chế $Au(NH_3)_3(OH)_3$

Dung nước cát gấp 5 lần thể tích để hòa tan $AuCl_3$. Sau đó vừa khuấy vừa cho dần dần NH_4OH (cứ 1 gam vàng cần dùng 10 ml NH_4OH đặc), thu được kết tủa màu vàng $Au(NH_3)_3(OH)_3$. Khuấy đều, để bay hơi hết NH_4OH , không có mùi amoniac (khi khử amoniac, không cho nước, kết tủa khô). Sau đó lọc, rửa nước 3 – 4 lần, được $Au(NH_3)_3(OH)_3$. Trong quá trình làm việc, không được sấy khô, phải sử dụng ngay để tránh cháy nổ.

(3) Điều chế $KAu(CN)_2$

Lấy kết tủa $Au(NH_3)_3(OH)_3$ cùng giấy lọc cho vào dung dịch KCN 30 – 40%, già nhiệt cho hòa tan, được dung dịch trong suốt không màu, cứ 1 g kết tủa vàng cần 1,2 – 1,5 g KCN .

(4) Điều chế $KNi(CN)_3$

Cho 25 g $NiSO_4$ hòa tan trong 50 ml nước, cho 25 g KCN , sinh ra kết tủa trắng. Cho 100 ml C_2H_5OH không nước, để K_2SO_4 kết tủa hoàn toàn, lọc, rửa 2 – 3 lần bằng C_2H_5OH . Dung dịch màu vàng cho vào dụng cụ chưng cất, bay hơi đến khi có kết tinh màu vàng, sấy khô 100 – 110°C. Để điều chế 1 g $KNi(CN)_3$, cần 0,97 g $NiSO_4$ và 0,6 – 1 g KCN .

(5) Pha chế dung dịch

Cho $KAu(CN)_2$ vừa điều chế và các thành phần khác hòa tan trong nước, khuấy đều, điều chỉnh pH, ma thử.

5. Bảo vệ và sử dụng dung dịch

– Nồng độ vàng ảnh hưởng tới tốc độ kết tủa, màu sắc và độ bóng lớp mạ. Vì thế, khi dùng anôt không hòa tan, cần phải kịp thời bổ sung muối vàng. Cần cứ vào kết quả phản ứng để bổ sung.

– Sự thay đổi pH ảnh hưởng rất lớn đến màu sắc, có thể điều chỉnh pH bằng KOH và H_3PO_4 .

– Nhiệt độ dung dịch ảnh hưởng đến tốc độ kết tủa và nội ứng lực. Thông thường nhiệt độ mạ là 60 – 70°C.

– Không chế mật độ dòng điện trong khoảng 0,5 A/dm².

– Ma vàng xianua có thể dùng anôt vàng, nhưng vàng quý và quản lý khó khăn, nên trong sản xuất thường dùng anôt không hòa tan. Anôt không hòa tan có thể dùng lưỡi Titan mạ bạch kim, tốt hơn thép không gỉ (ví dụ như thép không gỉ 316), nhưng dùng thép không gỉ không thích hợp để mạ lớp mạ vàng dày.

6. Xử lý sau khi mạ vàng

– Sau khi mạ vàng phải rửa sạch bằng nước cát hoặc nước cát nóng để loại bỏ muối còn lại trên bề mặt lớp mạ, bảo đảm độ bóng lớp mạ.

– Lớp mạ vàng mỏng cần phải xử lý chống biến màu. Xử lý biến màu thường dùng cách bit lò xốp lớp mạ vàng, để để phòng kim loại nền ăn mòn, dẫn đến biến màu vàng.

– Xử lý chống biến màu, có thể dùng phương pháp xử lý biến màu bạc, như các phương pháp thụ động hóa học, thụ động điện hóa, phun, nhưng màng bảo vệ hữu cơ.

7. Những sự cố và phương pháp khắc phục

Những sự cố và phương pháp khắc phục xem bảng 11 - 2.

Bảng 11 - 2. Những sự cố và phương pháp khắc phục

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Lớp mạ thô	1. Hàm lượng $\text{KAu}(\text{CN})_2$ thấp; 2. Hàm lượng KCN tự do cao; 3. Nhiệt độ cao; 4. Muối cacbonat nhiều.	1. Nâng cao hàm lượng $\text{KAu}(\text{CN})_2$; 2. Nâng cao hàm lượng KCN tự do; 3. Giảm nhiệt độ; 4. Lạnh, lọc dung dịch.
Lớp mạ có vết	Muối cacbonat nhiều	Lạnh, lọc dung dịch
Lớp mạ dỏ hoặc màu đậm	1. Hàm lượng $\text{KAu}(\text{CN})_2$ thấp; 2. Nhiệt độ cao; 3. Mật độ dòng điện cao.	1. Nâng cao hàm lượng $\text{KAu}(\text{CN})_2$; 2. Giảm nhiệt độ; 3. Nâng cao hàm lượng $\text{KAu}(\text{CN})_2$.

II. MẠ VÀNG DUNG DỊCH TRUNG TÍNH VÀ AXIT

Trong dung dịch mạ vàng trung tính và axit, ion vàng ở dạng muối phức $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$, bị khử trên catôt tạo thành vàng. Tính năng dung dịch này giống như dung dịch xianua, tính ổn định cao, tính độc ít, bởi vì nồng độ ion xianua rất thấp, thường gọi là dung dịch mạ vàng xianua thấp. Lớp mạ bóng, bằng phẳng, độ cứng cao, chịu mài mòn thấp, độ xốp thấp, tính hàn tốt. Công nghệ này dùng để mạ mạch điện in.

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng trung tính và axit

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ xem bảng 11 - 3.

Bảng 11 - 3. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng trung tính và axit

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5
$\text{KAu}(\text{CN})_2$	12 - 14	4 - 10	1 - 2	6 - 8	20
$\text{K}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2$	30 - 40				
$\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2\text{H}_2\text{O}$	16 - 48				
$(\text{NH}_4)_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2^-$		100 - 120			
$\text{KSb}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_2)_2$		0,05 - 0,3			
$\text{KNa}(\text{CN})_2$				2 - 4	
KH_2PO_4				25 - 30	10
K_2HPO_4					40
Chất làm bang (ml/l)			600		
Độ Borne			8 - 12		
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	50 - 60	30 - 40	40 - 60	40 - 60	60 - 70
pH	4,8 - 5,1	5,2 - 5,8	3,5 - 4	6,5 - 7,5	6,5 - 10,5
Mật độ dòng điện (A/dm^2)	0,1 - 0,3	0,2 - 0,5	0,5 - 1,2	0,1 - 0,2	0,2 - 0,4
Anode	Bạch kim, titan				

2. Tác dụng các thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

(1) Muối axit citric

Muối axit citric là chất tạo phức phụ trợ trong dung dịch axit, tác dụng với vàng, tạo thành ion muối phức vàng – citric, không che nồng độ ion vàng, nâng cao phản ứng catôt, lớp mạ kết tinh, mịn, bóng.

(2) KSB(C₄H₄O₆)₃

KSB(C₄H₄O₆)₃, có thể nâng cao độ cứng lớp mạ, nhưng nếu quá lượng, lớp mạ vàng, giòn.

(3) Giá trị pH

Dung dịch mạ vàng axit citric cần không chế độ pH tốt, để thu được lớp mạ vàng bóng. Nếu pH > 6 hoặc pH < 3, lớp mạ không bóng. Trong phạm vi quy định, pH cao lớp mạ có màu vàng kim bóng, pH thấp có màu hơi đục.

3. Duy trì và bảo vệ dung dịch mạ

- Nguyên liệu anôt là lưới titan mạ bạch kim, nếu dùng thép không gỉ, trước khi sử dụng phải điện phân hoặc đánh bóng cơ khí, nếu không sẽ bị ăn mòn, làm bẩn dung dịch.
- Dùng anôt không hòa tan, vì thế cần phải định kỳ phân tích dung dịch, điều chỉnh hàm lượng vàng.
- Cần không chế độ pH, để được lớp mạ bóng theo yêu cầu ảnh hưởng của pH.

Dung dịch mạ vàng citric đối với độ bóng lớp mạ xem bảng 11 – 4.

Bảng 11 – 4. Ảnh hưởng của pH dung dịch mạ vàng citric đối với độ bóng lớp mạ

pH	> 6	< 3,5	3,5 – 4,5	4,5 – 5,8
Độ bóng lớp mạ	Không bóng	Không bóng	Bóng, màu đục	Bóng, màu vàng kim

- Nâng cao nhiệt độ và mật độ dòng điện có thể nâng cao hiệu suất dòng điện. Nhưng mật độ dòng điện cao, lớp mạ đục, kết tinh thô. Ngược lại, nhiệt độ thấp, mật độ dòng điện thấp, màu lớp mạ nhạt, có màu đồng vàng.

- Xử lý sau khi mạ, xem phản phương pháp xử lý mạ vàng dung dịch xianua.

III. MẠ VÀNG DUNG DỊCH MUỐI SUNPHIT

Dung dịch mạ vàng muối sunphit là dung dịch phức, không đặc, khả năng phân bố tốt, lớp mạ bóng, mịn, lõi xốp nhỏ, bám chắc với kim loại nền như đồng, nikén, bạc v.v.

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng muối sunphit

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng muối sunphit xem bảng 11 – 5.

Bảng 11 – 5. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng muối sunphit

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5	6
Au(ở dạng AuCl ₂)	5 – 25	13 – 35	5 – 10	8 – 15	10 – 15	8 – 12*
(NH ₄) ₂ SO ₄	200 – 300		150 – 250			
Na ₂ SO ₄ ·7H ₂ O		120 – 150		150 – 180	140 – 180	80 – 100
K ₂ C ₆ H ₅ O ₇	100 – 150		100 – 150		80 – 100	
(NH ₄) ₂ C ₆ H ₅ O ₇		70 – 90				
EDTA		50 – 70		2 – 5	40	20 – 30
CoSO ₄ ·7H ₂ O		0,5 – 1		0,5 – 1	0,5 – 1	
KSB(C ₆ H ₅ O ₇) ₂			0,05 – 0,1			
K ₂ HPO ₄				20 – 35		
CuSO ₄ ·5H ₂ O				0,1 – 0,2		
KCl					60 – 100	
NH ₄ Cl						35 – 45
pH	8,5 – 9,5	6,5 – 7,5	8 – 9	9 – 9,5	8 – 10	9 – 10
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	0,1 – 0,8	0,2 – 0,3	0,1 – 0,4	0,1 – 0,4	0,3 – 0,8	0,2 – 0,3
Nhiệt độ (°C)	45 – 65	Thường	Thường	45 – 50	40 – 60	Thường
Anôt	Lưới titan bạch kim	Lưới titan bạch kim	Lưới titan bạch kim	Vàng	Vàng	Vàng, bạch kim

(1) Ảnh hưởng của pH

pH là nhân tố quan trọng để đảm bảo ổn định dung dịch. Trong điều kiện tồn tại chất khử muối sunphit, nếu pH < 6,5, dung dịch dần dần đục. Thông thường khoảng chế pH > 8. Nếu như pH > 10, độ bóng lớp mạ giảm. Điều chỉnh pH bằng NH₄OH.

(2) Anôt

Anôt không hòa tan, cần phải bổ sung muối vàng đã tiêu hao, khi cho muối vàng, cần phải cho lượng thích hợp muối sunphit và K₂C₆H₅O₇.

(3) Khuấy

Axit hóa cục bộ ở vùng anôt (pH giảm), phá hủy sự ổn định dung dịch. Khuấy dung dịch để phòng ảnh hưởng này và có thể nâng cao mật độ dòng điện.

2. Pha chế dung dịch muối sunphit

(1) Hoà tan (NH₄)₂SO₄ vào trong nước khử ion nóng, hòa tan AuCl₂ trong nước khử ion với 5 lần thể tích, trung hòa dần dần bằng KOH 40% (nhiệt độ dưới 25°C), đến khi pH = 7, được dung dịch trong suốt màu đỏ. Vừa khuấy, vừa đổ dung dịch này vào trong dung dịch (NH₄)₂SO₄, được dung dịch trong suốt màu vàng nhạt. Giả nhiệt 70 – 80°C, khuấy đều, được dung dịch trong suốt không màu.

(2) Các thành phần khác hòa tan trong nước khử ion, điều chỉnh pH, cho nước đến mức quy định, điều chỉnh nhiệt độ, ma thử.

3. Bảo vệ và sử dụng dung dịch

(1) Không chế tạo pH dung dịch, pH ở trong khoảng 8 – 10.

(2) $K_2C_6H_5O_7$ là chất tạo phức phu trợ, cũng là chất đậm, bảo đảm sự ổn định pH, đồng thời có thể nâng cao độ bám chắc giữa vàng với nikén.

(3) Anôt thường dùng là vàng, bạch kim, hoặc lưới titan mạ bạch kim. Trong thép không gỉ có crôm, dung dịch có ion clo, tạo thành Cr^{+6} làm bẩn dung dịch, nên không được sử dụng. Diện tích anôt : diện tích catôi = 3 : 1, nếu không anôt thụ động, dung dịch không ổn định.

(4) Do anôt không hòa tan, hàm lượng vàng trong dung dịch không ngừng tiêu hao, vì vậy cần thường xuyên bổ sung muối vàng.

(5) Để đề phòng bạc, đồng, nikén v.v. phản ứng với NH_4OH trong dung dịch mạ, sinh thành ion phức làm bẩn dung dịch, khi mạ, giá treo và móc treo đồng cần phải mạ lên lớp vàng, nếu không sẽ ảnh hưởng đến độ tinh khiết và độ cứng lớp mạ vàng. Khi mạ quay, cần dùng dòng điện đột kích gấp 5 lần bình thường, thời gian 1 phút, sau đó giảm đến dòng điện bình thường, tốc độ mạ quay 15 – 20 vòng/phút.

(6) Dùng phương pháp khuấy di động catôi hoặc không khí nén, để đề phòng pH giảm cục bộ, làm cho dung dịch không ổn định.

(7) Muối sunphit phản ứng do quá nhiệt, lưu huỳnh tác dụng với vàng sinh thành Ag_2S kết tủa màu đen, gia nhiệt dung dịch mạ cần gia nhiệt gián tiếp trong bể nước nóng, để đề phòng quá nhiệt, dẫn đến sự phân hủy của muối sunphit.

(8) Định kỳ phân tích hàm lượng SO_3^{2-} và kịp thời bổ sung, để đảm bảo dung dịch ổn định.

(9) Nếu dung dịch sử dụng quá lâu, mất hiệu quả, có thể cho HCl quá lượng, để pH = 3 – 4, được kết tủa màu vàng kim, lọc, rửa bằng nước cất, sấy. Bột vàng thu hồi có thể điều chế $Au(NH_3)_3(OH)_3$, cho trực tiếp vào dung dịch để sử dụng.

4. Thu hồi vàng

(1) Trong điều kiện thông gió tốt, gia nhiệt dung dịch nước thải đến khi được dung dịch đặc, pha loãng đến 5 lần thể tích, vừa khuấy, vừa cho dung dịch $FeSO_4$ đã axít hóa bằng HCl, đến khi có kết tủa màu đen vàng. Sau khi hoàn toàn kết tủa, rửa kết tủa nhiều lần bằng HCl, sau đó đun sôi với HNO_3 có lượng thích hợp, rửa nước cất nhiều lần, sấy khô, nung ở nhiệt độ 700 – 800°C, thời gian 30 phút.

(2) Trong điều kiện thông gió tốt, dùng HCl để dung dịch nước thải có pH = 1, gia nhiệt 70 – 80°C, vừa khuấy vừa cho bột kẽm, vàng được tách ra, đến khi dung dịch có màu vàng trắng thì dừng lại. Trong quá trình phản ứng phải bảo đảm pH = 1, phương pháp xử lý về sau giống như phương pháp (1).

Chương 12

MẠ THIẾC

Tính ổn định hóa học mạ thiếc cao, không tác dụng với lưu huỳnh và hợp chất lưu huỳnh, không hòa tan trong dung dịch H_2SO_4 , HNO_3 , HCl loãng. Thiếc hòa tan trong dung dịch axit đặc, nóng và kiềm mạnh, dùng để mạ dụng cụ đồ ăn. chi tiết già công nhiệt, chịu ăn mòn, hàn. Công nghệ mạ thiếc thường dùng là dung dịch mạ thiếc tinh kiềm, dung dịch mạ thiếc tinh axit.

I. MẠ THIẾC TÍNH KIỀM

Thành phần dung dịch mạ thiếc tinh kiềm đơn giản, khả năng phân bố tốt, lớp mạ mịn, tính hàn tốt, nhưng hiệu suất dòng điện thấp. Cần có thiết bị thông gió và già nhiệt. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ thiếc tinh kiềm xem bảng 12 – 1 và bảng 12 – 2.

Bảng 12 – 1. Thành phần dung dịch mạ thiếc kiềm

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
$Na_2SnO_3 \cdot 3H_2O$	75 – 90	60 – 70	40 – 60
NaOH	8 – 15	10 – 15	8 – 15
CH_3COONa	15 – 25	10	15 – 25
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	70 – 90	80 – 90	70 – 90
Mật độ dòng điện catôt (A/dm^2)	1 – 2	150 – 200 <u>A/Thùng</u>	0,4 – 0,8
Mật độ dòng điện anôt (A/dm^2)	2 – 4	2 – 4	2 – 4

Chú ý: – Pha chế 1: Dung dịch mạ treo.

- Pha chế 2: Dung dịch mạ quay.
- Pha chế 4: Dung dịch mạ chi tiết nhỏ.

Bảng 12 – 2. Thành phần dung dịch mạ thiếc kiềm

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
$K_2SnO_3 \cdot 3H_2O$	100	200	150
KOH	15	22	25
CH_3COOK	0 – 15	0 – 15	0 – 15
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	65 – 85	75 – 90	70 – 90
Mật độ dòng điện catôt (A/dm^2)	3 – 10	3 – 15	3 – 15
Mật độ dòng điện anôt (A/dm^2)	2 – 4	2 – 5	2 – 5

- Chú ý:*
- Pha chế 1: Dung dịch mạ treo.
 - Pha chế 2: Dung dịch mạ quay.
 - Pha chế 3: Dung dịch mạ thiếc nhanh.

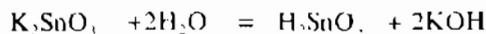
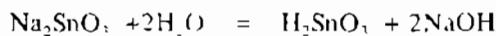
1. Tác dụng các thành phần dung dịch

(1) Na_2SnO_3 (K)

Na_2SnO_3 là muối chính trong dung dịch, cung cấp ion Sn^{4+} . Nồng cao hàm lượng muối thiếc, có thể nâng cao mật độ dòng điện, nâng cao hiệu suất dòng điện, tăng tốc độ kết tủa. Hàm lượng muối thiếc thấp, khả năng phân bố tốt, lớp mạ trắng, mịn, nhưng tốc độ kết tủa chậm.

(2) NaOH (K)

Trong dung dịch có muối phức SnO_3^{2-} , tác dụng chủ yếu của NaOH (K) là kết hợp với ion muối phức thiếc tạo thành muối thiếc stanat ổn định. Nồng độ NaOH (K) cao, nồng độ SnO_3^{2-} giảm xuống. Điện thế kết tủa của thiếc càng âm, tác dụng phân cực catôt cao, đồng thời nâng cao độ dẫn điện, làm cho anôt hòa tan hoàn toàn, để phòng sự thủy phân của muối Na_2SnO_3 (K) phản ứng thủy phân như sau:



Do sự tồn tại của NaOH (K), làm cho cân bằng của phản ứng trên chuyển về phía trái, để phòng sự kết tủa của H_2SnO_3 . Khi hàm lượng cao, mật độ dòng điện anôt cao, anôt dễ thụ động hóa, dễ sinh ra Sn^{2+} , ảnh hưởng tới chất lượng lớp mạ.

(3) CH_3COONa (K)

CH_3COONa (K) làm cho dung dịch ổn định, lớp mạ kết tinh mịn. Khi pha chế lúc đầu có thể không cho vào.

2. Ảnh hưởng của chế độ công nghệ

(1) Nhiệt độ dung dịch

Nhiệt độ dung dịch không thấp hơn 65°C , để tránh lớp mạ bị mờ, hiệu suất dòng điện giảm, tốc độ kết tủa chậm, anôt đen. Nhiệt độ quá cao, trên anôt khó tạo màng mỏng thụ động màu vàng kim loại, sinh ra Sn^{2+} , lớp mạ thô, nhiều lỗ xôp.

(2) Mật độ dòng điện catôt

Nâng cao nhiệt độ thích hợp có thể nâng cao tốc độ kết tủa. Mật độ dòng điện quá cao, lớp mạ thô, tối, nhiều lỗ xôp. Mật độ dòng điện thấp, trên bề mặt catôt thoát ra nhiều khí hydro, tốc độ kết tủa chậm.

(3) Mật độ dòng điện anôt

Mật độ dòng điện anôt thấp, trên bề mặt anôt có màu bạc tối, không thể sinh ra màng thụ động hóa màu vàng kim loại, Sn^{2+} hòa tan vào dung dịch. Mật độ dòng điện lớn quá, sinh ra nhiều khí ôxi, bề mặt anôt có màu nâu đen, lúc này phải dừng lại để

làm giảm mật độ dòng điện anôt đến bình thường. Vì vậy, nám vũng đặc điểm hòa tan anôt, không chế tối điện cực anôt là vấn đề mấu chốt khi mạ thiếc tĩnh kiềm.

3. Pha chế dung dịch mạ thiếc tĩnh kiềm

(1) Hòa tan NaOH (K) cần thiết vào trong nước khử ion với thể tích bằng $1/2 - 1/3$ thể tích bể mạ.

(2) Cho ít nước vào Na_2SnO_3 cần thiết, tạo thành dạng hồ đặc, vừa khuấy, vừa cho dần dần vào trong dung dịch NaOH (K) ở trên, đến khi hòa tan hoàn toàn.

(3) Hòa tan CH_3COONa (K) cần thiết vào ít nước khử ion trong thùng khác, sau đó đổ vào bể mạ, làm loãng bằng nước đến thể tích quy định.

(4) Phân tích và điều chỉnh dung dịch trong phạm vi quy định, điện phân với mật độ dòng điện nhỏ $0,5 - 1 \text{ A/dm}^2$, thời gian $2 - 4$ giờ, mạ thử.

4. Bảo vệ dung dịch và phương pháp khử tạp chất mạ thiếc tĩnh kiềm

(1) Bảo vệ dung dịch

- Mỗi tuần phân tích dung dịch một lần và kịp thời điều chỉnh trong phạm vi quy định.
- Để làm giảm kiềm tự do quá lượng, có thể điều chỉnh bằng CH_3COOH . Khi cho CH_3COOH phải khuấy đều để phòng kết tủa.
 - Khi mạ dung dịch có màu đen, chúng tỏ có tồn tại Sn^{+2} , cần phải khử kịp thời.
 - Khi bùn cặn anôt trong dung dịch nhiều, phải kịp thời lọc làm sạch.
 - Khi bổ sung vào trong dung dịch cần phải bổ sung nước nóng hoặc nước kiềm loãng, không trực tiếp cho nước lạnh.
 - Khi dùng anôt không hòa tan, cần phải bổ sung muối stanat, nếu sinh ra kiềm tự do phải trung hòa bằng axit axetic.

(2) Khử tạp chất

a) Sn^{+2}

Trong dung dịch mạ kiềm, ion Sn^{+2} là ion có hại nhất, khi vượt quá $0,1 \text{ g/l}$, lớp mạ đen, thô, có nhiều lỗ xốp và có dạng bọt biển. Phương pháp xử lý như sau:

- Cho H_2O_2 (30%) $0,1 - 0,5 \text{ g/l}$, làm loãng dung dịch rồi cho vào, khuấy đều, để ôxi hóa Sn^{+2} thành Sn^{+4} ;
 - Cho $\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ $0,4 \text{ g/l}$ để khử Sn^{+2} thành Sn^{+4} ;
 - Khử bằng phương pháp điện phân, dùng mật độ dòng điện anôt $3 - 4 \text{ A/dm}^2$, mật độ dòng điện catôt $8 - 10 \text{ A/dm}^2$, sử dụng anôt là tấm nikén hoặc tấm mạ nikén không hòa tan.

b) Chì

Khi chì vượt quá $0,4 \text{ g/l}$, lớp mạ đen, có nhiều lỗ xốp, có khi lớp mạ có dạng hạt biển, màu đen. Xử lý bằng mật độ dòng điện thấp, anôt là tấm mạ nikén hoặc tấm nikén không hòa tan.

c) *Khử muối cacbonat và lắng gạn*

- Phương pháp khử muối cacbonat: Dùng phương pháp làm lạnh (ở dưới 0°C).
- Phương pháp lắng gạn: Loại bỏ bằng phương pháp kết tủa, sau khi để lắng dung dịch, lấy dung dịch trong ở phía trên loại bùn.

5. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ thiếc tĩnh kiềm

Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ thiếc tĩnh kiềm xem bảng 12 – 3.

Bảng 12 – 3. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ thiếc tĩnh kiềm

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Lớp mạ đen, nhiều lỗ xốp, có dạng bọt biển	Trong dung dịch có Sn ²⁺	Khử bằng H ₂ O ₂ hoặc điện phân
Trên catốt có nhiều bọt khí, tốc độ kết tủa chậm	1. Hàm lượng thiếc thấp; 2. Hàm lượng kiềm tự do cao; 3. Nhiệt độ thấp.	1. Bổ sung muối thiếc; 2. Dùng CH ₃ COOH giảm muối thiếc; 3. Nâng cao nhiệt độ.
Trên anode có nhiều bọt khí, bề mặt thiếc màu đen	1. Nhiệt độ thấp; 2. Mật độ dòng điện anode cao; 3. Hàm lượng kiềm tự do thấp.	1. Nâng cao nhiệt độ; 2. Tăng diện tích anode, giảm mật độ dòng điện; 3. Bổ sung kiềm tự do.
Lớp mạ đen thô	1. Mật độ dòng điện catốt cao; 2. Hàm lượng muối thiếc cao.	1. Giảm mật độ dòng điện; 2. Làm loãng dung dịch, dùng anode liên hợp hoặc anode không hòa tan.
Chỗ lõm của chi tiết không có lớp mạ	Hàm lượng kiềm thấp	Bổ sung kiềm tự do

II. MẠ THIẾC TÍNH AXIT

Đặc điểm mạ thiếc tĩnh axit: kết tủa nhanh, mật độ dòng điện lớn, hiệu suất dòng điện cao, năng suất cao, không cần gia nhiệt dung dịch, dễ ăn mòn.

Công nghệ mạ thiếc tĩnh axit thường dùng có nhiều loại. Pha chế đơn giản, phạm vi sử dụng và điều kiện công nghệ rộng, dễ không chê, lớp mạ bóng, mịn, đồng đều, chịu ăn mòn và chống biến màu, tính hàn tốt, được sử dụng rộng rãi. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ thiếc bóng tĩnh axit xem bảng 12 – 4.

Bảng 12 – 4. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ thiếc bóng tĩnh axit

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>Hàm lượng</i>
SnSO_4 (tinh khiết)	27 – 37
H_2SO_4 (tinh khiết)	170 – 190
Chất làm bóng (ml/l)	32 – 35
Chất phụ trợ (ml/l)	1 – 5
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	Thường
Đi động catôt	2 – 3 (m/phút)
Mật độ dòng điện catôt (A/dm^2)	1 – 2,5
Anôt	Thiếc tinh khiết

1. Tác dụng các thành phần

(1) SnSO_4

SnSO_4 là muối chính, để cung cấp Sn^{+2} , nâng cao nồng độ Sn^{+2} thích hợp, có thể nâng cao mật độ dòng điện, tăng nhanh tốc độ kết tủa. Nhưng nếu cao quá, khả năng phân bố giảm lớp mạ thô, đen. Nồng độ Sn^{+2} thấp, mật độ dòng điện catôt nhỏ, tốc độ kết tủa chậm, lớp mạ dễ cháy.

(2) H_2SO_4

Nồng độ H_2SO_4 thích hợp có thể nâng cao độ dẫn điện dung dịch, để phòng sinh ra Sn^{+4} , bảo đảm dung dịch ổn định, hòa tan anôt tối. Nhưng hàm lượng H_2SO_4 quá cao, anôt hòa tan quá nhanh, hàm lượng Sn^{+2} tăng lên làm cho lớp mạ thô. Hàm lượng H_2SO_4 quá thấp, khả năng phân bố giảm, tốc độ kết tủa chậm.

(3) Chất làm bóng

Cho chất làm bóng vào dung dịch, có thể nâng cao tính ổn định và phân cực catôt của dung dịch, lớp mạ mịn, bằng phẳng, bóng có thể thao tác trong phạm vi mật độ dòng điện và nhiệt độ rộng. Cho chất làm bóng với số lượng thích hợp, nếu không lớp mạ giòn, có vết, ảnh hưởng tính hàn.

2. Ảnh hưởng của chế độ công nghệ

(1) Nhiệt độ dung dịch

Nhiệt độ dung dịch quá cao, tiêu hao nhiều chất làm bóng, sự phân hủy chất hữu cơ tăng, độ bóng lớp mạ giảm. Không chế nhiệt độ không vượt quá 35°C .

(2) Mật độ dòng điện

Phạm vi sử dụng mật độ dòng điện catôt mạ thiếc axit rất rộng, thường không chế trong khoảng 1 – 3 A/dm^2 . Mật độ dòng điện catôt cao, lớp mạ thô. Khi sử dụng mật độ dòng điện catôt thích hợp, cần phải nghiên cứu mật độ dòng điện anôt. Nếu mật độ dòng điện anôt cao, làm tăng sự phân hủy chất làm bóng và sinh ra Sn^{+4} .

3. Pha chế dung dịch mạ thiếc bóng

(1) Cho nước khử ion vào trong bể mạ với thể tích bằng $1/2 - 1/3$ thể tích bể mạ, vừa khuấy, vừa cho dần dần hàm lượng H_2SO_4 cân thiết vào trong bể (axit tinh khiết).

(2) Cho $SnSO_4$ cân thiết vào trong dung dịch H_2SO_4 nóng, vừa gia nhiệt, vừa khuấy để hòa tan hoàn toàn.

(3) Cho nước làm loãng đến thể tích quy định, lọc dung dịch, phân tích điều chỉnh dung dịch trong phạm vi quy định.

(4) Khi nhiệt độ dung dịch giảm đến nhiệt độ thường, cho các chất phụ gia cân thiết, khuấy đều, điện phân với mật độ dòng điện nhỏ, thời gian 2 – 4 giờ, mạ thử, đạt yêu cầu đưa vào sản xuất.

4. Bảo vệ dung dịch và khử tạp chất dung dịch mạ thiếc bóng

(1) Bảo vệ dung dịch

– Mỗi tuần phân tích dung dịch 1 lần và kịp thời điều chỉnh trong phạm vi quy định.

– Dùng hóa chất $SnSO_4$, tinh khiết và H_2SO_4 , tinh khiết, không dùng hóa chất công nghiệp. Không chế nhiệt độ trong phạm vi quy định. Tăng hoặc giảm nhiệt dùng ống chì hoặc ống titan.

– Khi cho $SnSO_4$, cần hòa tan $SnSO_4$ trong nước nóng, vừa khuấy vừa cho vào, sau khi để hòa tan hoàn toàn mới cho vào bể mạ.

– Không chế hàm lượng $SnSO_4$ với H_2SO_4 : Trong phạm vi công nghệ cho phép, khi mạ trero sử dụng hàm lượng ở giới hạn trên, để nâng cao tốc độ kết tủa và nâng suất, khi mạ quay sử dụng hàm lượng $SnSO_4$ ở giới hạn dưới. Không chế hàm lượng H_2SO_4 trong phạm vi 160 – 180 g/l, nếu hàm lượng $SnSO_4$ cao, không chế hàm lượng H_2SO_4 ở giới hạn trên, để đề phòng sinh ra Sn^{+4} , bảo đảm dung dịch ổn định, nâng cao phân cực catôt, lớp mạ mịn.

(2) Khử tạp chất

a) Sn^{+4}

Sự tích lũy Sn^{+4} làm dung dịch đục, hiệu suất dòng điện giảm, lớp mạ kết tinh thô, không bóng. Phương pháp xử lý: Cho chất xử lý Sn^{+4} , vừa cho, vừa khuấy, để yên 8 – 12 giờ, lọc, gạn lấy dung dịch trong ở phía trên, bỏ kết tủa ở phía dưới, điều chỉnh dung dịch, mạ thử.

b) Tạp chất kim loại khác

Nồng độ dung dịch Fe^{+2} , Cu^{+2} vượt qua 0,5 g/l, lớp mạ mờ, có nhiều lỗ xốp. Phương pháp xử lý: Điện phân với mật độ dòng điện nhỏ, thời gian nhiều giờ. Ngoài ra, trong quá trình sản xuất, những chi tiết rơi vào bể mạ phải kịp thời lấy ra, để đề phòng sự tích lũy tạp chất kim loại.

5. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ thiếc bóng axit

Những sự cố và phương pháp khắc phục xem bảng 12 – 5.

Bảng 12 – 5. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ thiếc bóng axit

Sự cố	Nguyên nhân	Phương pháp khắc phục
Độ bám chắc không tốt	1. Xử lý trước khi mạ không tốt; 2. Chất làm bóng nhiều.	1. Tăng cường xử lý; 2. Điều chỉnh tỷ lệ chất làm bóng.
Độ bóng lớp mạ kém	1. Hàm lượng H_2SO_4 thấp; 2. Chất làm bóng không đủ; 3. Mật độ dòng điện catôt nhỏ.	1. Bổ sung H_2SO_4 ; 2. Bổ sung chất làm bóng; 3. Nâng cao mật độ dòng điện catôt.
Lớp mạ giàn	Chất làm bóng nhiều	Xử lý bằng than hoạt tính, lọc dung dịch
Khi nồng phân bố kém	1. Chất làm bóng không đủ; 2. Hàm lượng H_2SO_4 thấp.	1. Bổ sung chất làm bóng; 2. Bổ sung H_2SO_4 .
Anôt thụ động, đen	1. Mật độ dòng điện anôt cao; 2. Hàm lượng H_2SO_4 cao.	1. Tăng diện tích anôt, giảm mật độ dòng điện anôt; 2. Giảm hàm lượng H_2SO_4 .

Chương 13

MẠ HỢP KIM VÀNG

Mạ hợp kim vàng để thỏa mãn yêu cầu công nghiệp điện tử và trang trí, giảm giá thành, tiết kiệm vàng.

Mạ hợp kim vàng gồm có mạ hợp kim Au – Co, Au – Ag, Au – Cu, Au – Cu – Cd v.v. Màu sắc của hợp kim vàng thay đổi theo sự thay đổi của thành phần hợp kim, quan hệ giữa màu sắc lớp mạ hợp kim và thành phần hợp kim xem bảng 13 – 1.

Bảng 13 – 1. Quan hệ giữa màu sắc lớp mạ và thành phần hợp kim

Thành phần hợp kim	Thành phần thay đổi (từ ít đến nhiều)	Màu sắc lớp mạ
Au – Cu	Cu	Vàng kim → Đỏ nhạt → Đỏ
Au – Ni	Ni	Vàng kim → Vàng nhạt → Trắng
Au – Ag	Ag	Vàng → Xanh
Au – Co	Co	Vàng kim → Nâu vàng → Xanh
Au – Cd	Cd	Vàng → Xanh
Au – Bi	Bi	Vàng → Tim
Au – Pd	Pd	Vàng → Vàng nhạt
Au – Cu – Cd	Cu Cd	Vàng kim → Đỏ Vàng kim → Trắng

I. MẠ HỢP KIM VÀNG – COBAN

Mạ hợp kim vàng – coban dùng để mạ những chi tiết chịu mài mòn trong mạch điện in, tiếp điểm trong mạch điện. Dung dịch mạ hợp kim vàng – coban có thể cho thêm $In_2(SO_4)_3$ để nâng cao độ bóng, nhưng cho nhiều lớp mạ giòn. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng – coban xem bảng 13 – 2.

Bảng 13 – 2. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng – coban

<i>Thành phần(g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>I</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>
KAu(CN) ₂	4 – 12	5 – 10	6	4	16,4	
C ₆ H ₅ O·H ₂ O	20 – 70	40 – 50	25			
K ₃ C ₆ H ₅ O ₇ ·2H ₂ O	50 – 90	50 – 90	80		60	
CoSO ₄	1 – 3	15 – 20	9		1,5	2,5 – 25
EDTA			15			
In ₃ (SO ₄) ₂		1 – 2	0,4			
KCN tự do)				16		
KCo(CN) ₆				12		
KH ₂ PO ₄					60	
Ni(CH ₃ COO) ₂					20	
Na ₂ SO ₃						40 – 150
K ₂ SO ₄				10		
K ₃ Au(SO ₄) ₂						1 – 30
Chất phụ gia						5 – 50
pH	3,2 – 4	3,5 – 4,5	3,2		4,3	> 8
Nhiệt độ (°C)	Thường	Thường	Thường	70	43	43 – 60
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	0,8 – 2	0,5 – 1	8 – 1,5	2	0,1 – 0,4	0,1 – 3
Anot		Thép không giòi, titan			Lưới titan mạ Pt	

II. MẠ HỢP KIM VÀNG – NIKEN

Lớp mạ hợp kim vàng – nikten có độ cứng cao, chịu mài mòn tốt, dùng để mạ những chi tiết chịu mài mòn như đầu cắm, tiếp điểm v.v.

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng – nikten xem bảng 13 – 3.

III. MẠ HỢP KIM VÀNG – ĐỒNG

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ hợp kim vàng – đồng xem bảng 13 – 4.

Bảng 13 – 3. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng – никen

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>
Au			5 – 6		2 – 4
Ni			1 – 2		9 – 12
KAu(CN) ₂	3,5	8		3 – 3,5	
KCN	28				
K ₃ C ₆ H ₅ O ₂ H ₂ O			100 – 200		100 – 150
C ₆ H ₅ O ₂ H ₂ O		100	100 – 200		40 – 50
KNi(CN) ₂	10	1,7			
KOH		40			
KNaC ₄ H ₄ O ₆ 4H ₂ O				50 – 60	
K ₄ P ₂ O ₇ 3H ₂ O				50 – 60	
K ₂ NiP ₂ O ₇				0,6 – 0,8	
NH ₄ Cl	7				
Chất làm bóng			4 – 5		1 – 2
pH		3 – 6	3,5 – 3,8	7 – 8	3 – 5
Nhiệt độ (°C)	80	Thường	Thường	50 – 60	35 – 45
Mật độ dòng điện (A/dm ³)	0,2	0,5 – 1,5	1	0,4 – 0,5	0,6 – 1
Anôt		Thép không gỉ			Thép không gỉ

Bảng 13 – 4. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ vàng – đồng

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>
KAu(CN) ₂	50	3	6 – 15	1,5	
KCN			10 – 100		
KCN (tự do)		1 – 1,5			
K ₂ Cu(CN) ₂			7 – 15		
CuCN		8 – 14		4	
K ₆ Cu(P ₂ O ₇) ₂					0,5 – 0,6
CuSO ₄ 5H ₂ O	10				
EDTA	20				
KAu(SO ₄) ₂					12 – 24
KH ₂ PO ₄	60				
Na ₂ SO ₄		9 – 10			6 – 8
Chất phụ gia	0,1 – 0,5				
pH	3,5 – 4,5	7 – 7,2			9,0 – 9,3
Nhiệt độ (°C)	Thường	75 – 85	Thường	Thường	55 – 60
Mật độ dòng điện (A/dm ³)	0,5 – 1	0,1 – 0,25	0,3 – 0,5	0,1 – 0,15	0,6 – 1,6
Anôt	Thép không gỉ				

IV. MẠ HỢP KIM AU – SB

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ Au – Sb xem bảng 13 – 5.

Bảng 13 – 5. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ Au – Sb

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
KAu(CN) ₂	12 – 14		6 – 8
AuCl ₃		5 – 20	
KCN (tự do)			8 – 10
C ₆ H ₅ O ₇ H ₂ O	20 – 25		
K ₃ C ₆ H ₅ O ₇ 2H ₂ O	12 – 14	80 – 120	
KNaC ₄ H ₄ O ₆ 4H ₂ O			20 – 40
KSb(C ₄ H ₄ O ₆) ₂	0,8 – 1	0,1 – 0,15	0,3 – 1
(NH ₄) ₂ SO ₄		150 – 250	
pH	5, – 5,8	8 – 11	
Nhiệt độ (°C)	40 – 60	40 – 60	50
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	0,3 – 0,4	0,1 – 0,5	0,25
Anode	Au, Ti, lưới Ti mạ Pt	Au, Ti, lưới Ti mạ Pt	Au, Ti, lưới Ti mạ Pt

Chương 14

MẠ HỢP KIM ĐỒNG THIẾC

I. TÍNH CHÁT VÀ ỨNG DỤNG MẠ HỢP KIM ĐỒNG THIẾC

Cùng với sự phát triển của công nghiệp, lớp mạ một kim loại không thỏa mãn được yêu cầu mới. Vì vậy, lớp mạ hợp kim rất được coi trọng và phát triển nhanh.

Mạ hợp kim được ứng dụng nhiều, nhưng mạ hợp kim đồng thiếc được phát triển nhiều nhất. Ở Trung Quốc, người ta lấy mạ hợp kim đồng thiếc làm lớp trung gian cho mạ kẽm, mạ hợp kim đồng thiếc được ứng dụng rộng rãi trong công nghiệp ôtô, xe máy, xe đạp, máy khâu v.v.

Do lượng thiếc trong lớp mạ khác nhau, nên mạ hợp kim đồng thiếc có thể chia làm ba loại: loại thiếc thấp (5 – 15% Sn), loại thiếc vừa (15 – 25% Sn), loại thiếc cao (38% Sn trở lên). Sau đây giới thiệu lớp mạ đồng thiếc thấp, có thể làm lớp mạ trung gian, sau đó mạ crôm, có tính chất chống giật, thay thế được kẽm.

II. DUNG DỊCH MẠ HỢP KIM ĐỒNG THIẾC PIRO PHÔTPHAT

Dung dịch mạ hợp kim đồng thiếc piro phôtphat tương đối ổn định, không độc, tốc độ mạ nhanh, nhưng lượng thiếc thấp.

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ hợp kim Cu – Sn Piro phôtphat

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ hợp kim Cu – Sn piro phôtpat xem bảng 14 – 1.

Bảng 14 – 1. Thành phần dung dịch mạ hợp kim Cu – Sn piro phôtpat

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
K ₄ P ₂ O ₇	200 – 250	240 – 280	250 – 300
Cu ₂ P ₂ O ₇	25 – 30	19 – 24 Cu : 8 – 10	
Na ₂ SnO ₃ · 3H ₂ O	25 – 30	60 – 72 Sn : 25 – 30	50 – 60
Na ₂ HPO ₄	40 – 50		
NH ₃ CO			5 – 20
KNaC ₄ H ₄ O ₄ · 4H ₂ O		20 – 25	
Giélatin		0,01 – 0,02	
pH	11 – 11,5	10,8 – 11,2	10 – 10,5
Nhiệt độ (°C)	25 – 35	30 – 35	45 – 52
Anôt	Cu : Sn 7 : 3 – 6 : 4	6 – 8% Sn	Đồng hoặc hợp kim đồng
Đi động catôt (lần/phút)	10 – 18	8 – 11	25 – 30

2. Pha chế dung dịch

- $K_4P_2O_7$, hòa tan trong nước nóng $60 - 70^\circ C$, chiếm $2/3$ thể tích bể mạ. Sau đó cho $Cu_2P_2O_7$, khuấy đều cho tan hoàn toàn.
- Cho $KNaC_4H_4O_6$ vào khuấy đều, cho tan hết
- Gia nhiệt dung dịch $70 - 75^\circ C$, vừa khuấy vừa cho Na_2SnO_3 vào. Khi cho PH dung dịch lên cao, có khi lên đến trên 12 (dung dịch màu xanh da trời biến thành màu xanh lục đậm), làm cho $Cu(OH)_2$ kết tủa. Vì vậy, khi hòa tan cần theo dõi độ pH, dùng H_3PO_4 hoặc $C_6H_4O_6$ hoặc H_2SO_4 để duy trì pH = $8 - 9$, sau đó mới cho Na_2SnO_3 . Sau khi cho xong, pH phải ở trong phạm vi quy định.
 - Cho KNO_3 vào trong dung dịch.
 - Khi nhiệt độ dung dịch $40^\circ C$, cho H_2O_2 $6 - 8$ ml/l, khuấy đều, để ôxi hóa dung dịch.
 - Phân tích, điều chỉnh, lọc, điện phân trong vài giờ.
 - Cho gelatin vào dung dịch.

3. Ảnh hưởng các thành phần trong chế độ làm việc

(1) $K_4P_2O_7$ và $KNaC_4H_4O_6$

$K_4P_2O_7$ là chất tạo phức chủ yếu, $KNaC_4H_4O_6$ là chất tạo phức phụ, làm cho anot hòa tan bình thường, để phòng pH lên cao, làm cho $Cu(OH)_2$ kết tủa. Nhưng hàm lượng không vượt quá 50 g/l, nếu cao quá lớp mạ giòn, cứng.

(2) Ảnh hưởng của nồng độ Cu^{+2} , Sn^{+2}

Tỷ lệ nồng độ tối đa Cu : Sn = $1: 1,5 - 3$. Hàm lượng Cu thấp, mật độ dòng điện thấp, tốc độ mạ chậm. Hàm lượng Cu cao, lớp mạ dày. Trong thực tế sản xuất, hàm lượng Sn cao một chút là thích hợp. Tỷ lệ $K_4P_2O_7 : Cu = 20 - 25 : 1$, $K_4P_2O_7 : Sn = 9 - 10 : 1$ là thích hợp nhất.

(3) KNO_3

KNO_3 có tác dụng nâng cao mật độ dòng điện, giảm sự phán cục, anot hòa tan tối, nhưng hiệu suất dòng điện giảm.

(4) pH

pH = $8 - 12$ là tốt nhất, không chế trong phạm vi pH = $10,7 - 11,4$. Nếu pH cao quá, ảnh hưởng đến khả năng tạo phức của đồng, lớp mạ hợp kim dễ biến màu. Nếu pH thấp tăng nhanh sự thủy phân của $K_4P_2O_7$, ảnh hưởng tới khả năng tạo phức. Vì vậy, phải không chế pH trong phạm vi quy định mới được lớp mạ tốt.

(5) Nhiệt độ

Nhiệt độ ảnh hưởng đến hàm lượng thiếc của lớp mạ, thu được lớp mạ có hàm lượng thiếc tiêu chuẩn và khả năng phản bồi tốt.

(6) Mật độ dòng điện

Mật độ dòng điện không chế trong phạm vi $1,5 - 2,5$ A/dm 2 . Nếu mật độ dòng điện thấp $1 - 1,2$ A/dm 2 , không được lớp mạ đồng thiếc theo tiêu chuẩn. Mật độ dòng điện cao, hàm lượng thiếc trong lớp mạ cũng tăng cao, nhưng nếu dòng điện cao quá, hàm lượng đồng tăng, hàm lượng thiếc giảm.

(7) Anôt

Anôt thường dùng 6% Sn. Do hàm lượng Sn thấp, trong thực tế sản xuất thường bổ sung Na_2SnO_3 để cân bằng ion Sn trong dung dịch.

4. Công nghệ mạ đồng lót

Khi mạ hợp kim đồng thiếc muối piro phôphat, độ bám chắc giữa lớp mạ và kim loại nền kém, cần phải mạ lót đồng hoặc mạ lót niken. Mạ lót đồng có thể dùng dung dịch mạ đồng xianua hoặc dung dịch mạ đồng piro phôphat.

III. NHỮNG SỰ CỐ VÀ PHƯƠNG PHÁP KHẮC PHỤC MẠ HỢP KIM ĐỒNG THIẾC PIRO PHÔT PHAT

Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ hợp kim đồng thiếc piro phôphat xem bảng 14 – 2.

Bảng 14 – 2. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ hợp kim đồng thiếc piro phôphat

Sự cố	Nguyên nhân và cách khắc phục
Hàm lượng thiếc trong lớp mạ thấp	1. pH thấp; 2. Na_2SnO_3 thấp; 3. Nhiệt độ cao; 4. Mật độ dòng điện không cao, cho KNO_3 ; 5. Di động catôt nhanh; 6. Giêlatin thiểu.
Lớp mạ không bóng, chõ sâu có màu hồng	1. $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ thấp; 2. KNO_3 thấp; 3. Na_2SnO_3 thấp; 4. pH thấp.
Lớp mạ biến màu, chõ sâu có màu tím, nứt, bong	1. pH cao, dùng H_3PO_4 hoặc H_2SO_4 để điều chỉnh; 2. KNO_3 cao; 3. Nhiệt độ thấp; 4. Ngắt điện trong quá trình mạ.
Lớp mạ có gai	1. Dung dịch có bột đồng, dùng H_2O_2 để xử lý; 2. Anôt hòa tan chậm, cho KNO_3 hoặc $\text{NaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$; 3. Dung dịch đục, lọc.
Lớp mạ bong, cứng, khó đánh bóng	1. $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ cao; 2. pH thấp; 3. Giêlatin nhiều, điện phân dung dịch.
Sử dụng dòng điện không cao	1. KNO_3 thấp; 2. Nhiệt độ và nồng độ iôn kim loại thấp; 3. Giêlatin ít.
Lớp mạ thô	1. Mật độ dòng điện cao; 2. Dung dịch đục; 3. Sau khi cho Na_2SnO_3 không xử lý H_2O_2 .
Khả năng phân bố thấp	1. Nồng độ đồng cao; 2. pH thấp, nhiệt độ cao; 3. $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$ thấp và giêlatin ít.

IV. DUNG DỊCH MẠ HỢP KIM ĐỒNG THIẾC MUỐI CITRAT – STANAT

Dung dịch mạ hợp kim đồng thiếc muối citrat – stanat hiệu suất cao (> 95%), thành phần đơn giản, hàm lượng thiếc 10%, dung dịch ổn định, phạm vi sử dụng mức độ dòng điện hẹp, nhạy với tạp chất.

1. Thành phần và chế độ làm việc mạ hợp kim đồng thiếc citrat - stanat

Thành phần và chế độ làm việc xem bảng 14 – 3.

Bảng 14 – 3. Thành phần và chế độ làm việc mạ hợp kim Cu – Sn citrat – stanat

<i>Thành phần (g/l) và chế độ làm việc</i>		<i>Hàm lượng</i>
C ₆ H ₈ O ₇		140 – 180
KOH		100 – 135
Cu ₂ (OH) ₂ CO ₃ (tính theo Cu)		14 – 18
K ₂ SnO ₃ 3H ₂ O (tính theo Sn)		18 – 22
H ₃ PO ₄ (ml) hoặc KH ₂ PO ₄		5
pH		9 – 10
Nhiệt độ (°C)	Dí động catôt	25 – 35
Không dí động catôt		18 – 25
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	Dí động catôt	0,6 – 1
Không dí động catôt		0,4 – 0,6
Tỷ lệ diện tích catôt: anôt		1 : 2 – 3
Anôt		Đồng cán điện phân

2. Pha chế dung dịch

(Lấy ví dụ trong 1 lít dung dịch)

Cân 160 g C₆H₈O₇, hòa tan trong 500 ml nước, cho 115 g KOH, cho 28 g Cu₂(OH)₂CO₃ vào dung dịch trên, gia nhiệt, dung dịch trong, không có bọt khí, để nguội, cho 15 g KH₂PO₄, lọc, được dung dịch muối đồng.

Trong bình khác, cân 50 g K₂SnO₃ 3H₂O hòa tan trong 200 ml nước kiềm loãng (nước cho thêm 3 – 5 g KOH), sau khi hòa tan hoàn toàn, cho 2 ml H₂O₂, lọc, được dung dịch stanat, vừa khuấy vừa cho dần dần muối stanat vào dung dịch muối đồng, sau khi bù sung nước đến 1 lít, dùng C₆H₈O₇ hoặc KOH điều chỉnh pH = 9 – 10. Điện phân dung dịch, được dung dịch cần mạ.

3. Những sự cố và phương pháp khắc phục

Những sự cố và phương pháp khắc phục xem bảng 14 – 4.

Bảng 14 – 4. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ hợp kim Cu – Sn muối citrat – stanat

Sự cố	Nguyên nhân và cách khắc phục
Lớp mạ gai	1. Dung dịch bẩn, lọc dung dịch; 2. Anot có bột đồng, tảng điện tích anot hoặc tảng hàm lượng muối citrate; 3. Hàm lượng đồng cao, cho muối citrate.
Lớp mạ chảy	Mật độ dòng điện lớn
Lớp mạ đờ	1. Mật độ dòng điện nhỏ; 2. Hàm lượng đồng cao, cho muối citrat; 3. pH thấp, dùng KOH điều chỉnh; 4. Nhiệt độ cao; 5. Hàm lượng Sn thấp, tăng muối stanat; 6. Dung dịch có CN^- cho H_2O_2 để xử lý.
Bột đồng ở anot nhiều	1. Diện tích anot nhỏ; 2. Hàm lượng Cl^- trong dung dịch cao.
Sử dụng mật độ dòng điện thấp	1. Hàm lượng Cu thấp; 2. Muối citrat cao; 3. Tạp chất hữu cơ nhiều; 4. Nhiệt độ thấp, nâng cao nhiệt độ và khuấy dung dịch.
Lớp mạ bóng	1. Làm sạch lớp mạ không tốt; 2. Thép khác nhau, xử lý bề mặt khác nhau; 3. Hệ thống dẫn điện, giá treo không tốt; 4. Nhiệt độ cao.
Dung dịch đục	1. Muối stanat không đảm bảo chất lượng, muối bị thủy phân; 2. pH cao, $\text{Cu}(\text{OH})_2$ kết tủa, cho $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}$, gia nhiệt đến khi dung dịch trong, sau đó điều chỉnh pH bằng KOH; 3. Diện tích anot nhỏ, mật độ dòng điện anot lớn.

V. DUNG DỊCH MẠ HỢP KIM ĐỒNG THIẾC XIANUA

Dung dịch mạ hợp kim đồng thiếc xianua có khả năng phân bố tốt, thành phần dung dịch và độ bóng dễ khống chế. Nhược điểm của dung dịch là độc hại, ảnh hưởng tới không khí, nguồn nước và sức khỏe con người.

1. Thành phần và chế độ làm việc

Thành phần và chế độ làm việc mạ hợp kim Cu – Sn xianua xem bảng 14 – 5.

Bảng 14 – 5. Thành phần và chế độ làm việc mạ hợp kim Cu – Sn xianua

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5	6
CuCN	35 – 42	20 – 30	9 – 36	12 – 14	18 – 25	18 – 20
Na ₂ SnO ₃ 3H ₂ O	30 – 40	60 – 70	25 – 35		30 – 40	
NaOH	7 – 10	25 – 30	6,5 – 8,5		8 – 10	
NaCN (tự do)	20 – 25	3 – 4	25 – 30	2 – 4	20 – 30	8,5 – 10
N(CH ₂ CH ₂ OH) ₃		50 – 70				
K ₄ P ₂ O ₇				50 – 100		
Na ₄ P ₂ O ₇			20 – 30			
(BiO) ₂ SO ₄ H ₂ O			0,01 – 0,03	0,3 – 0,5	0,3 – 0,5	
Giélatin			0,1 – 0,5			
NaKC ₈ H ₄ O ₆ 4H ₂ O				25 – 30		
SnCl ₂ 2H ₂ O				1,6 – 2,4		0,6 – 1
Chất thấm ướt OP			0,05 – 0,2			
Nhiệt độ (°C)	55 – 60	55 – 60	64 – 68	55 – 60	60 – 65	40 – 45
Mật độ dòng diện (A/dm ²)	1 – 1,5	1 – 1,5	1 – 1,5	1 – 1,5	180 – 200 A/Thùng	150 – 200 A/Thùng
pH				8,5 – 9,5		11,5 – 12,5
Đồng	Anôt	Hợp kim Sn 10 – 12%	Hợp kim Sn 10 – 12%	Hợp kim Sn 10 – 12%	Đồng	Đồng và thép

- Dung dịch 1: Hàm lượng xianua cao, có thể mạ các loại chiết, hàm lượng Sn thấp
- Dung dịch 2: Hàm lượng xianua thấp, nước thải có ít xianua, anôt hòa tan kém, cần tăng diện tích anôt, hàm lượng Sn thấp.
- Dung dịch 3: Dung dịch xianua nồng độ cao, hàm lượng Sn thấp, có tác dụng làm bóng, có thể thay thế muối bismut bằng muối chì (hàm lượng 0,01 – 0,03 g/l) là chất làm bóng.
- Dung dịch 4: Dung dịch xianua, có tác dụng mạ bóng, hàm lượng Sn trung bình.
- Dung dịch 5: Dung dịch xianua, hàm lượng Sn cao, dùng cho mạ quay (chi tiết là đồng và thép).
- Dung dịch 6: Dung dịch xianua, hàm lượng Sn cao, dùng cho mạ quay (chi tiết là kẽm và thép).

2. Pha chế dung dịch

- Dùng lượng NaCN gấp 1,1 lần lượng CuCN, hòa tan trong nước nóng 40°C, vừa khuấy vừa cho dần dần CuCN cho dung dịch hòa tan, được dung dịch 1.
- Hòa tan NaOH trong nước nóng, vừa khấy vừa cho Na₂SnO₃ vào, cho đến khi hòa tan hoàn toàn, được dung dịch 2.
- Cho dung dịch 1 vào dung dịch 2, cho lượng NaCN tự do, cho nước đến mức quy định, điện phân nhiều giờ, lọc, mạ thử.
- Ngoài các thành phần trên, dung dịch mạ hợp kim Cu – Sn còn các chất làm bóng. Pha chế chất làm bóng như sau:
 - + Pha chế gelatin: Lấy 40 g gelatin và 25 g NaOH hòa tan trong 1000 ml nước, gia nhiệt cho sôi, vài phút sau có thể dùng được. Phương pháp khác: Lấy 5 g/l gelatin ngâm trong nước 2 giờ, gia nhiệt đến sôi vài phút có thể dùng được.
 - + Pha (BiO)₂SO₄H₂O: Lấy 80 g KNaC₄H₄O₆ và 20 g (BiO)₂SO₄H₂O hòa tan trong 50 ml nước, gia nhiệt đến sôi, làm涼 đến 11°C.

3. Ảnh hưởng các thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

- CuCN và Na₂SnO₃, là thành phần chủ yếu của dung dịch mạ, nồng độ của chúng thay đổi ảnh hưởng tới thành phần hợp kim. Nếu nồng độ ion đồng tăng, hàm lượng đồng trong lớp mạ tăng. Nếu nồng độ ion thiếc tăng, hàm lượng thiếc trong lớp mạ tăng. Nếu nồng độ ion kẽm loại tăng, hiệu suất dòng điện tăng, nhưng khả năng phân bố giảm.
- Hàm lượng NaCN tự do tăng, ion phốtphat đồng ổn định, điện thế thoát ra của đồng càng âm, có lợi cho thiếc thoát ra, hàm lượng thiếc trong lớp mạ tăng, hiệu suất dòng điện giảm. Khi NaCN tự do thấp, anôt sẽ thụ động.
- Khi hàm lượng NaOH tăng cao, ion SnO₃ ổn định, điện thế thoát ra của Sn càng âm, làm cho Cu dễ thoát ra, hàm lượng Cu trong lớp mạ tăng lên.
- Khi mật độ dòng điện tăng, hàm lượng Sn trong lớp mạ tăng. Hiệu suất dòng điện giảm khi mật độ dòng điện tăng.
- Nhiệt độ ảnh hưởng tới lớp mạ, khi nhiệt độ 55 – 65°C chất lượng lớp mạ tốt. Nhiệt độ cao, hàm lượng Sn của lớp mạ tăng. Nhiệt độ thấp, chất lượng lớp mạ giảm, hiệu suất dòng điện giảm.

4. Những sự cố và phương pháp khắc phục

Những sự cố và phương pháp khắc phục xem bảng 14 – 6.

Bảng 14 – 6. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ hợp kim Cu – Sn xi'anua

Sự cố	Nguyên nhân và cách khắc phục
Hàm lượng Sn trong lớp mạ thấp, màu hơi đỏ	1. Hàm lượng Sn thấp, bổ sung Na_2SnO_3 ; 2. Hàm lượng NaOH cao, tăng cao Na_2SnO_3 ; 3. Hàm lượng Cu cao, tăng cao NaCN hoặc thay thế một phần anot Cu – Sn bằng thép không gỉ; 4. NaCN tự do thấp; 5. Mật độ dòng điện thấp.
Lớp mạ thô	1. Dung dịch đặc cần lọc; 2. NaCN tự do thấp; 3. Na_2SnO_3 thấp; 4. Diện tích anot lớn
Lớp mạ gai	1. Dung dịch có Sn^{+2} , cho H_2O_2 để xử lý; 2. Mật độ dòng điện cao; 3. Hàm lượng Cu cao, bổ sung NaCN, thay thế một phần anot Cu – Sn bằng thép không gỉ; 4. Dung dịch đặc cần lọc.
Lớp mạ bong	1. Dung dịch có tạp chất Pb, cho 0,01 – 0,1 g/l Na_2S để xử lý. 2. Xử lý bề mặt không tốt.
Lớp mạ có hở khí	1. NaCN tự do cao; 2. Dung dịch có tạp chất, xử lý điện phân.
Khả năng phản bội kém	1. Dung dịch đặc; 2. NaCN tự do thấp; 3. Nhiệt độ cao.
Lớp mạ có vết	1. Dung dịch có tạp chất kim loại hoặc xử lý điện phân; 2. NaCN tự do cao, tăng hàm lượng Cu.
Tốc độ kết tủa chậm	Na_2CO_3 cao, dùng phương pháp làm lạnh để Na_2CO_3 kết tinh

5. Tẩy lớp mạ hỏng

Thành phần và chế độ làm việc xem bảng 14 – 7.

Bảng 14 – 7. Thành phần và chế độ công nghệ khi tẩy lớp mạ hợp kim Cu – Sn hồng

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>I</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
NaCN	25 – 50			
N(CH ₂ CH ₂ OH) ₃		60 – 70		
NaOH		60 – 75		
NaNO ₃		15 – 20		
KNO ₃			100 – 150	
HNO ₃ (ml/l)				1000
NaCl				10
Nhiệt độ (°C)	60 – 65	35 – 50	15 – 50	60 – 75
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	1 – 1,5	1,5 – 2,5	5 – 10	
Di động anôt (lần/phút)		20 – 25	20 – 25	
pH	12,5 – 13		7 – 10	
Catôt	Tôn, thép không gi	Tôn, thép không gi	Tôn, thép không gi	

Chú ý:

- Dung dịch 1: Kim loại nên không bị ăn mòn, tẩy xong có thể mạ được.
- Dung dịch 2: Nhiệt độ và mật độ dòng điện không cao, để đề phòng kim loại nên ăn mòn, tốc độ cần tẩy chậm.
- Dung dịch 3: Mật độ dòng điện anôt cao, khi nhiệt độ cao, pH cao có thấm nito.
- Dung dịch 4: Chi tiết không cho vào nước, nhiệt độ không vượt quá 750°C, nếu không kim loại nên sẽ bị ăn mòn, có khí độc bay ra, cần quạt hút.

Chương 15

MẠ HÓA HỌC

Mạ hóa học là phương pháp kết tủa lớp mạ trên bề mặt chi tiết, ion kim loại do được trợ giúp của chất khử thích hợp bị khử thành kim loại. Bàn chất mạ hóa học là quá trình ôxi hóa khử, sinh ra trong điều kiện có chất xúc tác.

Dung dịch mạ hóa học gồm có muối kim loại, chất khử, chất tạo phúc, dung dịch đậm, chất ổn định, chất thấm ướt và chất làm bóng v.v.

Sо sánh với ma điện, mạ hóa học có những ưu điểm sau :

– Độ dày lớp mạ đồng đều, có thể hình thành lớp mạ đồng đều trên bề mặt chi tiết có hình dáng phức tạp;

- Lớp mạ hóa học có độ mịn tốt, độ cứng cao;
- Có thể hình thành lớp mạ kim loại trên bề mặt chất dẻo hoặc chất không dẫn điện;
- Lớp mạ hóa học có tính năng hóa học, cơ khí, từ tính đặc biệt;
- Không cần nguồn điện, trên bề mặt chi tiết không cần tiếp xúc dẫn điện;

I. MẠ NIKEN HÓA HỌC

Mạ nikен hóa học dùng nhiều loại chất khử, căn cứ vào sử dụng chất khử khác nhau mà phân ra các loại mạ nikен hóa học. Ví dụ: mạ nikен hóa học chất khử là NaH_2PO_2 , mạ nikен hóa học chất khử là NaBH_4 , mạ nikен hóa học chất khử là $(\text{CH}_3)_2\text{NHBH}_4$, v.v.

Mạ nikен hóa học là công nghệ được sử dụng nhiều nhất. Lớp mạ nikен hóa học có tính ổn định cao, độ xốp nhỏ v.v.

Vì vậy, mạ nikен hóa học dùng để chống gỉ trong công nghiệp. Ví dụ: thiết bị hóa học, dầu mỏ, tên lửa, động cơ phun khí v.v. Ngoài ra, mạ nikен hóa học có độ cứng cao, chịu mài mòn tốt, có thể mạ được những chi tiết như trực khuỷu, bơm, máy nén không khí v.v. để kéo dài thời gian sử dụng.

1. Mạ nikен hóa học NaH_2PO_2

Mạ nikен hóa học NaH_2PO_2 có hai loại: mạ tính kiềm và tính axit.

(1) Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ nikен hóa học tính axit, chất khử là NaH_2PO_2

a) Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ nikен hóa học khác nhau

Xem bảng 15 – 1 đến bảng 15 – 4.

Bảng 15 – 1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ niken hóa học tinh axit

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>	<i>9</i>
$\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	4,4 – 4,5	30	30	25	25	23	20 – 30	20	34
NaH_2PO_4	20 – 25	15 – 25	36	24	30	18	20 – 35	24	36
$\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	5	15			20		10		
$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_3(\text{ml/l})$			15			20	5	25	5
$\text{NaC}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	5	15	14				10		
$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_5$			15	24					
$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_5(\text{ml/l})$		5	5	16		12			15
$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_5(\text{ml/l})$			5				8		
$\text{CH}_3(\text{NH}_2)\text{COOH}$		5 – 15							
$\text{NaC}_2\text{H}_5\text{O}_5$					30				
$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ $(\text{Pb}^{+2})(\text{mg/l})$				3	2	1		1	5
$\text{CS}(\text{NH}_3)(\text{mg/l})$				3					
Chất khác (mg/l)			5(M_2O_4)				15 (KIO_3)		
pH	4 – 5	3,5 – 5,4	4,8	5,8 – 6	5	5,2	5,2 – 5,4	4,4 – 4,8	4,8
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	80 – 90	85 – 95	90	90 – 93	90	90	75 – 92	90 – 94	90
Tốc độ kết tủa ($\mu\text{m/giờ}$)	10	10 – 13	10	48	20	15		10 – 13	10
Hàm lượng P trong lớp mạ	8 – 11	8 – 11	10 – 11	8 – 11	6 – 8	7 – 8	7 – 8	8 – 9	10 – 11

Bảng 15 – 2. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ niken hóa học tính axit

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>
NiCl ₂ ·6H ₂ O	30	30	30	30	30	16	50	30
NaH ₂ PO ₂ ·H ₂ O	10	10	12	10	10	24	10	10
CH ₃ COONa·3H ₂ O								5
NaC ₂ H ₅ O ₂	50	10						
C ₂ H ₆ O ₂						50		
NaC ₂ H ₅ O ₂ ·2H ₂ O				10			10	13
C ₄ H ₆ O ₂							18	
H ₃ BO ₃	4 – 6	4 – 6	4,5 – 5,5	4 – 6	4 – 5			
C ₃ H ₆ O ₃ (ml/l)			10					
C ₄ H ₆ O ₄							16	
NH ₄ Cl (mg/l)							3	
pH						5,6	4	4 – 6
Nhiệt độ (°C)	88 – 98	88 – 98	88 – 98	90	90	100	85	90 – 100
Tốc độ kết tủa (μm/giờ)	12,7	10,1	15,3	5	5 – 8	48	7,6	7

Bảng 15 – 3. Thành phần và chế độ công nghệ mạ niken hóa học
tính axit nhiệt độ trung bình

<i>Thành phần và chế độ công nghệ</i>	<i>Nồng độ (mol/l)</i>
NiCl ₂ ·6H ₂ O	0,198 – 0,297
NaH ₂ PO ₂ ·H ₂ O	0,283 – 0,566
Na·C ₂ H ₅ O ₂ ·2H ₂ O	0,164 – 0,246
K ₃ C ₂ H ₅ O ₂	0,085 – 0,245
pH	5 – 6
Nhiệt độ (°C)	60 – 65

**Bảng 15 – 4. Thành phần và chế độ công nghệ mạ nikен hóa học
chi tiết magié, kim loại nhẹ**

<i>Thành phần (mol/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
$\text{Ni}(\text{H}_2\text{PO}_2)_6\text{H}_2\text{O}$		0,050	
$\text{NiCO}_2\text{Ni}(\text{OH})_2\text{4H}_2\text{O}$	0,017		10
KF		0,155	3
NH_4HF_2 (70%)	0,074		10
$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7\text{H}_2\text{O}$	0,029	0,079	5
$\text{NaH}_2\text{PO}_2\text{H}_2\text{O}$	0,189	0,005	20
$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ (Pb^{+2}) (mg/l)		1	
pH	4,5 – 6,8	4,6 – 4,7	4,5 – 6,5
Nhiệt độ (°C)	76 – 82	87	30 – 35
Tốc độ kết tủa ($\mu\text{m/giờ}$)	20	23	

b) Tác dụng các thành phần dung dịch mạ nikен hóa học tinh axit, chất khử là NaH_2PO_2

- Muối nikен: Muối niken là thành phần chủ yếu dung dịch mạ nikен hóa học, là chất cung cấp ion Ni^{+2} trong dung dịch.
- Chất khử: NaH_2PO_2 là chất khử trong dung dịch mạ nikен hóa học, làm cho ion Ni^{+2} bị khử thành lớp mạ.
- Chất tạo phức: Chất tạo phức tác dụng với ion Ni^{+2} tạo thành phức ổn định, chống sự tạo thành kết tủa $\text{Ni}(\text{OH})_2$ và NiHPO_3 .
- Chất đệm pH: Tính ổn định dung dịch, tốc độ kết tủa, chất lượng lớp mạ chịu ảnh hưởng rất lớn bởi pH của dung dịch. Cho chất đệm pH làm pH của dung dịch ổn định.
- Chất ổn định: Trong dung dịch mạ nikен hóa học có một số hạt keo và hạt chất rắn rất nhỏ, chúng là trung tâm xúc tác, làm tăng sự phân hủy của dung dịch. Chất ổn định có tác dụng chống hoặc làm chậm sự phân hủy của dung dịch, làm cho dung dịch ổn định.
- Chất làm bóng: Thông thường lớp mạ nikен là lớp mạ bán bóng, để được lớp mạ bóng thường cho thêm chất làm bóng.
- Chất tăng tốc: Khi cho chất tăng tốc và chất ổn định, làm giảm tốc độ kết tủa nikен, cho chất tăng tốc, nâng cao tốc độ kết tủa.

c) Ảnh hưởng của điều kiện công nghệ mạ nikен hóa học tinh axit, chất khử là NaH_2PO_2

- Ảnh hưởng của pH: Trong quá trình mạ, kết tủa không ngừng tiến hành, làm cho pH không ngừng giảm đi, đồng thời tốc độ kết tủa giảm xuống. Trong dung dịch tinh axit, nếu $\text{pH} < 3$, ion Ni^{+2} không bị khử tách ra. Hỗn hợp P trong lớp mạ cũng thay đổi theo sự thay đổi của pH.

– Ánh hưởng của nhiệt độ: Trong dung dịch mạ nikén hóa học, nhiệt độ phải cao hơn 50°C mới hình thành lớp mạ. Nhiệt độ thao tác khi mạ nikén hóa học tính axit, chất khử là NaH_2PO_4 , thường là $85 - 95^{\circ}\text{C}$. Nhiệt độ quá cao, dung dịch không ổn định, dễ bị phân hủy, nhiệt độ thấp, phản ứng không tiến hành. Hiệu suất kết tủa lớp mạ tăng lên theo nhiệt độ, hàm lượng P trong lớp mạ giảm đi khi nhiệt độ tăng lên.

– Ánh hưởng của tạp chất: Dung môi tẩy dầu, dầu mỡ, axit và tạp chất khác v.v làm cho lớp mạ có ván hoặc vết, độ bám chắc không tốt. Những tạp chất ion Pb^{+2} , Cr^{+3} , Cu^{+2} , Zn^{+2} , Fe^{+2} v.v. vượt quá phạm vi quy định, ánh hưởng tới chất lượng lớp mạ. Ánh hưởng của những tạp chất ion này và phương pháp giải quyết xem bảng 15 – 5.

Bảng 15 – 5. Ánh hưởng của tạp chất và phương pháp giải quyết

Tạp chất	Nồng độ giới hạn (mg/l)	Hiện tượng	Phương pháp khắc phục
Pb, Cd	5	Không có lớp mạ	Xử lý điện phân
Zn	300	Tốc độ mạ chậm	Bỏ hoặc thay thế dung dịch
Cu	15	Lớp mạ đen	Xử lý điện phân
Fe	130	Tốc độ mạ chậm	Bỏ hoặc thay thế dung dịch
Al	300	Lớp mạ đen, tốc độ chậm	Bỏ hoặc thay thế dung dịch
Pb	3	Phân hủy	Bỏ hoặc thay thế dung dịch
Cr^{+3}	13	Tốc độ mạ chậm	Bỏ hoặc thay thế dung dịch
Cr^{+6}	3	Có chỗ không mạ được	Bỏ hoặc thay thế dung dịch
S^{-2}	10	Không có lớp mạ hoặc đen	Xử lý điện phân
NO_3^{-1}	50	Tốc độ mạ chậm	Bảo đảm $\text{pH} = 4, 85^{\circ}\text{C}$, thời gian 2 giờ
H_3PO_4	80 – 150 g/l	Tốc độ mạ chậm	Bỏ hoặc thay thế dung dịch

d) Bảo vệ công nghệ

– Thời gian kết tủa càng dài, nồng độ muối nikén và NaH_2PO_4 giảm thấp, tính ổn định dung dịch kém, cho nên cần thường xuyên bổ sung. Khi nhiệt độ dung dịch giảm thấp, cho lần lượt hai chất vào, khuấy đều.

– Không chế hàm lượng tạp chất Pb, Cd, Zn, Cu, Al, Cr^{+3} , Cr^{+6} , S^{-2} , NO_3^{-1} , H_3PO_4 .

– Để tránh quá nhiệt cục bộ, dẫn đến phân hủy dung dịch, tốt nhất là già nhiệt gián tiếp qua thùng nước nóng. Có thể già nhiệt trực tiếp bằng hơi nước hoặc già nhiệt điện, nhưng cần khuấy bằng không khí nén.

– Lượng chí tiêu cho vào với diện tích $0.5 - 1.5 \text{ dm}^2/\text{l}$ là thích hợp.

– Khi mạ nikén hóa học nhiệt độ cao, chí tiêu cần phải già nhiệt, sau đó cho vào bể mạ.

– Cần định kỳ lọc dung dịch liên tục để loại bỏ tạp chất rắn. Khi thành bã có lớp mạ nikén, cần phải tẩy trong HNO_3 . Sau khi sử dụng xong dung dịch, cần lọc, giảm nhiệt để bảo tồn.

e) Pha chế dung dịch

– Tính toán lượng dùng các hóa chất, hòa tan riêng biệt từng phần trong nước cát hoặc nước trao đổi ion:

– Vừa khuấy, vừa cho dung dịch muối nikén đã hòa tan vào trong dung dịch phức (như $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$), ta được dung dịch 1;

– Vừa khuấy, vừa cho chất khử (như NaH_2PO_2) vào trong dung dịch 1, ta được dung dịch 2;

– Những dung dịch còn lại, vừa khuấy vừa cho từng loại vào trong dung dịch 2;

– Làm loãng bằng nước cát hoặc nước khử ion đến thể tích quy định;

– Điều chỉnh pH bằng dung dịch loãng H_2SO_4 , NH_4OH , hoặc NaOH ;

– Lọc dung dịch;

– Phân tích, điều chỉnh dung dịch.

(2) Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ dung dịch mạ nikén hóa học tính kiểm chất khử NaH_2PO_2

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ dung dịch mạ nikén khác nhau, xem bảng 15 – 6 đến bảng 15 – 9.

Bảng 15 – 6. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ nikén hóa học tính kiểm (bảng 1)

Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5	6
$\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	10 – 20	33	30	25	30	33
NaH_2PO_2	5 – 15	15	25	25	30	17
NH_4Cl						50
$\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ (ml/l)	1 – 3					
$\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$			60 – 70	50	60	
$\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2$ (ml/l)					100	
$\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	30 – 60	50				84
pH	7,5 – 8,5	8	10 – 10,5	10 – 11	10	9,5
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	40 – 45	90	70 – 75	65 – 75	30 – 35	85

**Bảng 15 – 7. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ nikén hóa học
tính kiềm (bảng 2)**

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>
NiCl ₂ ·6H ₂ O	45	30	25	24	24
NaH ₂ PO ₂ ·H ₂ O	11	10	8	20	20
NH ₄ Cl	50	50	40		
H ₃ BO ₃				40	
Na ₃ BO ₃					38
Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ ·2H ₂ O	100		60	60	60
(NH ₄) ₂ C ₆ H ₅ O ₇		65			
pH *	8,5 – 10	8 – 10	8 – 9	8 – 9	8 – 9
Nhiệt độ (°C)	90 – 95	90 – 95	85 – 88	90	90

- Pha chế 1 – 3: dùng NH₄OH điều chỉnh pH.
- Pha chế 4 – 5: dùng dung dịch NaOH để điều chỉnh

**Bảng 15 – 8. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ nikén hóa học tính kiềm
amôniac**

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>
NiCl ₂ ·6H ₂ O	30	45	30	45	30	20	25
NaH ₂ PO ₂ ·H ₂ O	10	20	10	11	10	15	20
NH ₄ Cl	50	50	50	50	50	30	50
Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ ·2H ₂ O	100	45		100		45 – 47	45
(NH ₄) ₂ C ₆ H ₅ O ₇					65		
pH	8 – 9	8 – 8,5	8 – 10	8,5 – 10	8 – 10	8 – 9	8 – 9
Nhiệt độ (°C)	90	80 – 85	91 – 96	91 – 96	80 – 85	80 – 84	80 – 84

Bảng 15 – 9. Thành phần và chế độ công nghệ mạ nikен hóa học tinh kiềm nhiệt độ thấp

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>
NiCl ₂ ·6H ₂ O	25				25		
NiSO ₄ ·7H ₂ O		25	30	30	25	30	30
NaH ₂ PO ₂ ·H ₂ O	25	25	30	30	45	30	24
NH ₄ Cl (mg/l)			100				
Na ₂ AMPT *							30
Na ₂ HPO ₄ ·12H ₂ O							30
Na ₄ P ₂ O ₇	60 – 70	50	60		60 – 70	60	
N(C ₂ H ₅ OH) ₃ (m/l)						100	
Na ₂ C ₆ H ₅ O ₂ ·2H ₂ O				20			
NH ₃ ·H ₂ O (m/l)							6
pH	10 – 10,5	10 – 11	10	8,5 – 9,5	10 – 10,5	> 10	6 – 7
Nhiệt độ (°C)	70 – 75	65 – 76	30 – 35	40 – 45	70 – 75	35 – 37	75

* Pha chế theo tỷ lệ: cứ 100 g AMPT 50% cần 16 g NaOH. Vừa khuấy, vừa cho dần dần AMPT vào dung dịch NaOH 30%, khuấy 30 phút. Sau khi bay hơi phần lớn lượng nước, để ở thùng nước 70°C, thời gian 6 – 8 giờ. Sau khi lọc được tinh thể, sấy khô 65°C, được chất rắn màu trắng Na₂AMPT. Dùng NaOH để điều chỉnh pH.

2. Mạ nikен hóa học chất khử là (CH₃)₂NHBH₃ hoặc C₃H₇NHBH₃

Mạ nikен hóa học chất khử là (CH₃)₂NHBH₃ hoặc C₃H₇NHBH₃, thao tác trong phạm vi pH rộng, sử dụng nhiệt độ thấp, năng lực tái sinh dung dịch mạnh, chu kỳ sử dụng dài, tính ổn định dung dịch cao. Những kim loại như đồng, bạc, thép không gỉ không có năng lực xúc tác trong dung dịch (CH₃)₂NHBH₃.

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ xem bảng 15 – 10, 15 – 11.

Bảng 15 – 10. Thành phần và chế độ công nghệ mạ nikен hóa học chất khử là (CH₃)₂NHBH₃ hoặc C₃H₇NHBH₃

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
NiCl ₂ ·6H ₂ O	24 – 48			
(CH ₃) ₂ NHBH ₃	3 – 48	3	4	1,5
CH ₃ COONa·3H ₂ O	18 – 37			
NiSO ₄ ·7H ₂ O		50	25	25
C ₄ H ₉ Na ₂ O ₄		25		
Na ₄ P ₂ O ₇		100		50
Chất khác			Na ₂ SO ₄ 15 mL/l	NH ₄ OH 45 mL/l
pH	5,5	10	5	10,7
Nhiệt độ (°C)	70	25	60	25

Bảng 15 – 11. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ niken hóa học chất khử $(CH_3)_2NHBH_3$

<i>Thành phần (g/l)</i> <i>và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>
$Ni(C_2H_3O_2)_2 \cdot 46H_2O$	20	50
$(CH_3)_2NHBH_3$	3	2.5
$CH_3COONa \cdot 3H_2O$	15	
$C_2H_6O_2$	30	25
$Na_2C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$		25
pH	6.4	6 – 7
Nhiệt độ (oC)	70	40

3. Mạ niken hóa học chất khử là $N_2H_4H_2SO_4$ hoặc $N_2H_4 H_2O$

Thành phần và chế độ công nghệ xem bảng 15 – 12.

Bảng 15 – 12. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ hóa học chất khử là $N_2H_4H_2SO_4$

<i>Thành phần (g/l)</i> <i>và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>
$NiSO_4 \cdot 7H_2O$	29				60	
$NiCl_2 \cdot 6H_2O$				5		12
$Ni(C_2H_3O_2)_2 \cdot 46H_2O$		60	0,1			
$N_2H_4H_2O$ 85% (ml/l)		100	2,5	30	100	7,5
$(NH_4)_2CO_3$						1
$N_2H_4H_2SO_4$	13					
EDTA		25				
$KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$				6	25	
$H_3C_6H_5O_2$		60			60	
pH	8 – 10	11	12	10	11	10 – 11
Nhiệt độ (oC)	85 – 90	90		95	90	90 – 100

4. Mạ nikен hóa học chất khử là NaBH_4

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ nikен hóa học chất khử là NaBH_4 , xem bảng 15 – 13.

Bảng 15 – 13. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ nikен hóa học chất khử là NaBH_4

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>
$\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$		20			
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	20		30	30	30
$\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$		40		40	
NaBH_4	0,4	2,3	0,5	1	0,7 – 0,85
NaOH	90		60	15	60
$\text{C}_2\text{H}_5\text{N}_2$	90		60	15	60
$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$				2	
Ti_2SO_4	0,4				
PbCl_2			0,06		
NaF			3		
pH	14	12,5	14		13 – 14
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	90	40 – 50	90 – 95	60	90 – 95

5. Bảo vệ dung dịch mạ nikен hóa học

Mạ nikен hóa học dễ bị phản hủy tự nhiên, để tránh dung dịch phản hủy, bảo đảm thời gian sử dụng, cần chú ý mấy vấn đề sau:

- Không cho NaH_2PO_4 là chất rắn, dung dịch NaH_2PO_4 có hàm lượng cao, kiểm là chất rắn hoặc dung dịch hàm lượng cao trực tiếp bổ sung vào dung dịch mạ, khi cho cần phải giảm nhiệt, vừa cho, vừa khuấy đều.
- Cần tránh quá nhiệt cục bộ, khi già nhiệt tốt nhất già nhiệt gián tiếp.
- Tính ổn định dung dịch pha mới rất thấp, không có những chất không hòa tan, cần phải lọc, loại bỏ kết tủa, cho chất ổn định.
- Cần định kỳ dùng HNO_3 để tẩy nikен tách ra ở ống già nhiệt và thành bể.
- Chi tiết sau khi hoạt hóa cần phải rửa sạch, tránh đưa vào dung dịch chất xúc tác.
- Khi không sử dụng dung dịch lâu dài, cần làm nguội dung dịch đến nhiệt độ thường, trước khi sử dụng lại cần phải lọc.

6. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ nikен hóa học

Những sự cố và phương pháp khắc phục xem bảng 15 – 14.

Bảng 15 – 14. Những sự cố và phương pháp khắc phục mạ nikén hóa học

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Lớp mạ thô, không bóng	1. Thành phần dung dịch có hàm lượng cao hơn quy định, như NaH_2PO_4 , muối nikén; 2. pH quá cao; 3. Hạt huyền phù trong dung dịch; 4. Nhiệt độ dung dịch cao; 5. Cho trực tiếp chất hóa học vào; dung dịch, dùng dung dịch ma hòa tan muối nikén hoặc NaH_2PO_4 ; 6. Trực tiếp dùng NaOH điều chỉnh pH; 7. Xử lý trước khi mạ không tốt.	1. Cân cứ vào số liệu phân tích, điều chỉnh lại dung dịch; 2. Điều chỉnh pH; 3. Đέ nguội, lọc dung dịch; 4. Giảm nhiệt độ dung dịch; 5. Bổ sung muối nikén, NaH_2PO_4 và các hóa chất khác; 6. Điều chỉnh pH theo phương pháp chính xác; 7. Tăng cường xử lý trước khi mạ.
Hiệu suất kết tủa thấp	1. pH thấp; 2. Nhiệt độ thấp. 3. Nồng độ NaH_2PO_4 và muối nikén thấp; 4. Dung dịch bay hơi làm nồng độ chất tạo phức cao; 5. Hàm lượng chất tạo phức và chất ổn định cao.	1. Điều chỉnh pH bằng NH_3OH ; 2. Tăng nhiệt độ; 3. Bổ sung muối nikén và NaH_2PO_4 ; 4. Làm loãng dung dịch; 5. Làm loãng dung dịch.
Lớp mạ không bám chắc với kim loại nên	1. Xử lý trước khi mạ không tốt; 2. Nước rửa không sạch; 3. Ngắt quãng trong quá trình mạ; 4. Tạp chất trong quá trình mạ.	1. Tăng cường xử lý trước khi mạ; 2. Thay đổi bể nước rửa; 3. Chi tiết phai ngập trong dung dịch; 4. Thay thế một bộ phận trong dịch.

II. MẠ ĐỒNG HÓA HỌC

Lớp mạ đồng hóa học là đồng tinh khiết, chịu ăn mòn kém, thông thường chỉ dùng làm lớp mạ đồng lót. Mạ đồng hóa học dùng để mạ lót cho phi kim loại, mạ trên mạch điện in v.v. Thành phần dung dịch gồm có muối chính, chất khử, chất tạo phức và chất phụ gia.

1. Mạ đồng hóa học chất khử HCHO

(1) Thành phần dung dịch và chế độ làm việc mạ đồng hóa học chất khử HCHO

Dung dịch mạ đồng hóa học chất khử HCHO có tính kiềm. Để đề phòng Cu^{+} sinh thành kết tủa hợp chất hydrôxit, cần phải cho vào dung dịch chất tạo phức, làm cho ion đồng ở trạng thái phức. Chất tạo phức thường dùng là $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, EDTA hoặc hỗn hợp hai loại trên.

a) Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học chất tạo phức $KNaC_4H_4O_6$

Xem bảng 15 – 15.

Bảng 15 – 15. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học chất tạo phức $KNaC_4H_4O_6$

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5	6
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	5	10 – 20	7	10 – 15	5	15
$NaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$	25	40 – 60	22,5	40 – 60	22	45 – 50
$HCHO (37\%) (ml/l)$	5	10 – 15	25,5	10 – 15	8 – 12	10 – 15
$NaOH$	7	8 – 14	4,5	8 – 14	8 – 15	
$NiCl_2 \cdot 6H_2O$	0,1	0,15 – 0,30	2		2	2
$CH_3OH (ml/l)$					30 – 150	
$C_2H_5OH (ml/l)$	33					10 – 30
$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$		0,1 – 0,15		0,01 – 0,02		0,1 – 0,13
Poliglicola ($M = 600$)		30 – 60				50 – 70
Na_2CO_3		2,1				
pH	11,5 – 13,5	12,5 – 13	12,5	11,5 – 13	12,5	12,5 – 13
Nhiệt độ (°C)	30	25 – 40	15 – 25	15 – 40	15 – 25	25 – 30

b) Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học, chất tạo phức EDTA

Xem bảng 15-16.

Bảng 15 – 16. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học, chất tạo phức EDTA

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5	6	7
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	5 – 10	15	10	10 – 15	10	10	7,5
$EDTANa_2 \cdot 2H_2O$	30 – 40	45	30	40 – 50	45	20	93
$HCHO (37\%) (ml/l)$	10 – 15	10	12	8 – 10	10	5	
$CH_3COOH \cdot 2H_2O (40\%) (ml/l)$							16,6
$NaOH$			7	15		14	
$C_{10}H_8N$	0,1			0,01	0,0005		
$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$		0,01		0,1	0,00005		
Poliglicola ($M = 1000$) (ml/l)		50					
$C_6H_5N_4O_2$					0,00005		
pH	12,5	12,5		12,5	12,5		12,5
Nhiệt độ (°C)	70 – 90	70		60	60		60

c) Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học, chất tạo phức $KNaC_4H_4O_6$ và EDTA

Xem bảng 15 – 17.

Bảng 15 – 17. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học, chất tạo phức $KNaC_4H_4O_6$ và EDTA

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	14	16	29	30	16	10 – 20
$KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$	16	15	142	26	14	50 – 70
$EDTANa_2 \cdot 2H_2O$	20	24	12	36,5	20	5 – 8
HCHO (37%) (ml/l)	45	16	167	28	15	60 – 80
NaOH	12	14	167	28	15	60 – 80
Na_2CO_3			9			
$Ni(C_2H_5O)_2$ (ml/l)		24		20	20	
$C_{10}H_8N$ (mg/l)		24		20	20	
$K_3Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ (mg/l)		12		10	10	
pH	12,5	13 – 13,5	11,5	12,5	12,5	12 – 13
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	15 – 50	40	15 – 20	40 – 50	40 – 50	20 – 25

(2) Tác dụng các thành phần trong dung dịch

Muối chính, chất khử, chất tạo phức là thành phần cơ bản của dung dịch mạ đồng hóa học. Để làm ổn định dung dịch và cải thiện tính năng lớp mạ đồng, thường cho vào dung dịch các chất phụ gia.

a) $CuSO_4$

$CuSO_4$ là muối chính trong dung dịch, cung cấp ion đồng cho dung dịch mạ đồng hóa học. Đa số dung dịch mạ đồng hóa học đều sử dụng $CuSO_4$. Trong phạm vi nhất định, hàm lượng đồng trong dung dịch cao, tốc độ mạ nhanh.

b) Chất khử

Chất khử trong dung dịch mạ đồng hóa học là HCHO, NaH_2PO_2 v.v. Hiện nay đều dùng phổ biến dung dịch HCHO 37%. Tác dụng khử của HCHO có quan hệ với pH dung dịch. Chỉ trong điều kiện $pH > 11$ mới có tác dụng khử đồng. Nhưng pH dung dịch cao, dung dịch dễ phân hủy, làm giảm sự ổn định dung dịch. Vì vậy, đa số dung dịch mạ đồng đều không chế pH vào khoảng 12.

c) Chất tạo phức

Chất tạo phức tác dụng với ion đồng tạo thành phức chất ổn định, chống sự hình thành kết tủa $Ni(OH)_2$. Chất tạo phức thường dùng trong dung dịch mạ đồng hóa học $KNaC_4H_4O_6$, EDTA, hoặc hỗn hợp $KNaC_4H_4O_6$ và EDTA, $KNaC_4H_4O_6$ còn có tác dụng là chất làm đem.

d) NaOH

NaOH là chất điều chỉnh pH, bảo đảm pH trong phạm vi quy định.

e) Chất ổn định

Chất ổn định tránh sinh ra phản ứng phụ, nhưng đồng thời là chất xúc tác độc hại trong phản ứng mạ đồng hóa học, vì thế không nên cho nhiều. Chất ổn định thường dùng là $C_{10}H_8N$, $K_4Fe(CN)_6$ v.v.

(3) Pha chế dung dịch

Pha chế dung dịch mạ đồng hóa học tiến hành theo trình tự nhất định. Hòa tan riêng biệt các loại hoá chất trong nước cất, cho dung dịch $CuSO_4$ vào dung dịch phức, khuấy đều, lần lượt cho các dung dịch khác trừ dung dịch $HCHO$. Khi cho dung dịch $HCHO$, cho nước cất đến mức quy định, điều chỉnh pH trong phạm vi quy định.

(4) Bảo vệ dung dịch mạ đồng hóa học

a) Cho chất tạo phức tạo phức với ion Cu^{+2} , để đề phòng sinh ra $Cu(OH)_2$ kết tủa. Chất tạo phức thường dùng là $KNaC_4H_4O_6$, EDTA, hoặc hỗn hợp $KNaC_4H_4O_6$ và EDTA.

b) Cho chất ổn định với hàm lượng thích hợp, chọn chất ổn định tạo phức mạnh với ion Cu^{+2} để đề phòng sinh ra Cu_2O kết tủa. Cho lượng thích hợp CH_3OH để kiểm chế sinh ra Cu^{+1} .

c) Chọn công nghệ xử lý mạ đồng hóa học, để phòng chất rắn bột đồng, ion sắt hoặc bạc lẩn vào dung dịch

d) Với mức độ anh hưởng không lớn đến hiệu suất kết tủa, nên tận dụng giảm nhiệt độ thao tác, chú ý để phòng quá nhiệt cục bộ.

e) Thường xuyên lọc dung dịch, bảo đảm pH, diện tích bề mặt chi tiết cho vào dưới $3,8 \text{ dm}^2/\text{l}$.

2. Mạ đồng hóa học chất khử NaH_2PO_2

(1) Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học chất khử NaH_2PO_2

Xem bảng 15 – 18.

Bảng 15 – 18. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học chất khử NaH_2PO_2

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	6	6	6,25
$Na_4C_8H_4O_6 \cdot 2H_2O$	15	15	29
$NaH_2PO_4 \cdot H_2O$	28	33	37
H_3BO_3	30	31	
$NiSO_4 \cdot 7H_2O$	0,5	0,6	0,28
$CS(NH_2)_2$ (mg/l)	0,2		
pH	9,2	9	7
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	65	65	70

(2) Tác dụng các thành phần trong dung dịch

a) $CuSO_4$

$CuSO_4$ là muối chính trong dung dịch, cung cấp ion đồng cho dung dịch mạ đồng hóa học. Hàm lượng muối đồng trong dung dịch tăng, hiệu suất kết tủa tăng. Tỷ lệ nồng độ ion никen với ion đồng bảo đảm 1 : 12.

b) NaH_2PO_2

NaH_2PO_2 là chất khử, trong phạm vi nhất định, nếu hàm lượng NaH_2PO_2 cao, tốc độ kết tủa cao, nhưng nếu cao quá sẽ sinh ra phản ứng phụ.

c) $Na_3C_6H_5O_7$

$Na_3C_6H_5O_7$ là chất tạo phức với ion đồng tạo thành ion phức, có nồng độ thích hợp. Khi nồng độ $Na_3C_6H_5O_7$ cao, nồng độ ion đồng tự do thấp, dẫn đến hiệu suất kết tủa thấp. Nếu như nồng độ $Na_3C_6H_5O_7$ thấp, dung dịch không ổn định.

d) H_3BO_3

H_3BO_3 ảnh hưởng lớn tới tốc độ kết tủa lớp mạ. Khi dung dịch không có H_3BO_3 , tốc độ kết tủa rất chậm. Nồng độ H_3BO_3 lớn hơn 0,5 mol/l, tốc độ kết tủa không tăng lên.

e) $CS(NH_2)_2$

$CS(NH_2)_2$ là chất ổn định với hàm lượng nhỏ, dung dịch ổn định, đồng thời có tốc độ kết tủa tốt.

i) $NiSO_4$

Bề mặt kim loại nền được xúc tác, mạ đồng hóa học tiến hành thuận lợi. Sau khi toàn bộ kim loại nền được phủ lớp đồng, đổi với phản ứng ôxi hóa của NaH_2PO_2 , đồng không có tác dụng xúc tác, do đó mạ đồng không thực hiện được. Khi cho vào dung dịch một ít muối nikén, ion nikén được khử thành kim loại nikén, có tác dụng xúc tác rất mạnh với phản ứng ôxi hóa NaH_2PO_2 , làm cho phản ứng kết tủa được thực hiện.

3. Phương pháp làm ổn định mạ đồng hóa học

(1) Cho lượng thích hợp CH_3OH để kiềm chế sinh thành ion Cu^{+1} ;

(2) Sử dụng nồng độ thấp, để kiềm chế phản ứng ôxi hóa Cu^{+2} , hoặc trong dung dịch cho polivinylalcohol để sinh thành bột đồng, mài dũi tác dụng xúc tác:

(3) Cho chất tạo phức với đồng, để kiềm chế ion Cu^{+1} ;

(4) Không chế tốt các điều kiện công nghệ.

4. Bảo vệ dung dịch mạ đồng hóa học

(1) Đinh kỳ hoặc liên tục lọc dung dịch, kịp thời loại bỏ bột đồng và các tạp chất khác trong dung dịch, bảo đảm dung dịch sạch;

(2) Khi không sử dụng dung dịch, dùng dung dịch H_2SO_4 loãng điều chỉnh $pH = 9 - 10$. Trước khi sử dụng, dùng $NaOH$ loãng điều chỉnh pH trong phạm vi quy định:

(3) Bổ sung hóa chất phải pha thành dung dịch loãng, vừa khuấy, vừa cho vào;

(4) Không để dung dịch quá nhiệt cục bộ;

(5) Dùng chất ôxi hóa để kéo dài thời gian sử dụng dung dịch.

5. Sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục

Sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục mạ đồng hóa học xem bảng 15 – 19.

Bảng 15 – 19. Sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục mạ đồng hóa học

<i>Sự cố</i>	<i>Nguyên nhân</i>	<i>Cách khắc phục</i>
Bề mặt chỉ tiết sau khi làm thô có chỗ không được làm mờ	<ol style="list-style-type: none"> Bề mặt có dấu hoặc tạp chất hữu cơ; Nhiệt độ làm thô thấp, thời gian làm thô ngắn; Khuấy không đều; Dung dịch làm thô mất tác dụng. 	<ol style="list-style-type: none"> Trong quá trình gia công không cho dầu thoát phôi; Nâng cao nhiệt độ và thời gian làm thô; Tăng cường khuấy; Thay thế dung dịch làm thô.
Sau khi làm thô bề mặt vàng, giòn, độ thô lớn	<ol style="list-style-type: none"> Nhiệt độ làm thô cao, thời gian dài; Nồng độ H_2SO_4 trong dung dịch làm thô cao; Trước khi làm thô, dùng dung môi hữu cơ nóng độ cao, nhiệt độ cao, thời gian dài. 	<ol style="list-style-type: none"> Giảm nhiệt độ hoặc rút ngắn thời gian làm thô; Điều chỉnh dung dịch làm thô; Điều chỉnh thành phần dung môi hữu cơ, nắm vững các điều kiện công nghệ.
Sau khi hoạt hóa, bề mặt không biến màu	<ol style="list-style-type: none"> Dung dịch làm nhạy mờ hiệu quả; Nhiệt độ dung dịch làm nhạy thấp hoặc mờ hiệu quả. 	<ol style="list-style-type: none"> Điều chỉnh dung dịch làm nhạy; Tăng nhiệt và điều chỉnh dung dịch làm nhạy;
Lớp mạ không hoàn chỉnh	<ol style="list-style-type: none"> Nguyên liệu không đúng; Bị ăn mòn nhiều; Trung hòa và rửa không sạch; Hàm lượng Cr^{+3} trong nước rửa cao; Hoạt hóa không tốt; Dung dịch hóa học không bình thường. 	<ol style="list-style-type: none"> Kiểm tra nguyên liệu; Kiểm tra nhiệt độ, dung dịch làm thô; Kiểm tra rửa, trung hòa; Thay thế hoặc làm loãng dung dịch ăn mòn; Kiểm tra pH, nhiệt độ, nồng độ hoạt hóa; Kiểm tra nhiệt độ, pH, hàm lượng chất khử, chất ổn định v.v.
	<ol style="list-style-type: none"> Bề mặt không sạch; Làm thô không tốt; Ăn mòn nhiều; Hoạt hóa không tốt; Lớp mạ dạng bọt biến. 	<ol style="list-style-type: none"> Tẩy dầu mỡ; Chọn chế độ công nghệ làm thô hợp lý; Kiểm tra nhiệt độ, thời gian làm thô; Kiểm tra điều chỉnh dung dịch hoạt hóa; Kiểm tra dung dịch mạ hóa học, giảm tốc độ kết mạ.

Chương 16

MẠ TRÊN PHI KIM LOẠI

Khoa học kỹ thuật ngày càng phát triển có xu thế hướng về sản phẩm có thể tích nhỏ, trọng lượng nhẹ, nguyên liệu phi kim loại ngày càng được coi trọng. Để đáp ứng yêu cầu trang trí và yêu cầu đặc biệt, cần phải mạ trên phi kim loại. Nhấn tố chủ yếu để mạ trên phi kim loại là tạo lớp dẫn điện trên bề mặt, phương pháp xử lý là mạ hóa học, mạ trực tiếp mạ nóng chảy, mạ chân không, mạ ion v.v.

I. MẠ HÓA HỌC TRÊN BỀ MẶT CHẤT DÈO

Mạ trên chất dẻo là một trong công nghệ quan trọng để gia công lần thứ hai chất dẻo, làm cho kim loại bám chắc trên bề mặt chất dẻo. Mạ trên chất dẻo được ứng dụng rộng rãi trong công nghiệp điện tử, dụng cụ y tế, đồng hồ đo, chi tiết xe ôtô, chi tiết máy và sản phẩm tiêu dùng hàng ngày v.v.

1. Quy trình công nghệ mạ trên chất dẻo

Tạo hình thành phẩm → Làm sạch (tẩy dầu) → Rửa nước → Làm khô hóa học (ăn mòn) → Rửa nước → Hoạt hóa → Rửa nước → Làm nhạy → Rửa nước → Hoạt hóa → Rửa nước → Mạ hóa học → Thành phẩm.

2. Xử lý bề mặt chi tiết chất dẻo

(1) Tẩy dầu

Dầu mỡ và các loại bụi bẩn trên bề mặt chất dẻo ảnh hưởng đến độ bám chắc của lớp mạ với chất dẻo, vì thế cần phải làm sạch bề mặt. Công nghệ tẩy dầu mỡ điển hình, xem bảng 16 – 1.

Bảng 16 – 1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ tẩy dầu chất dẻo

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2
NaOH	80	30
Na ₃ PO ₄	30	50
Na ₂ CO ₃	15	40
Chất tẩy rửa	Thích hợp	
Nhiệt độ (°C)	70 – 75	50
Thời gian (phút)	3 – 5	Theo bề mặt chi tiết

Trong quá trình tẩy dầu, phải luy động chi tiết để tẩy dầu triệt để. Sau đó rửa nước sạch cẩn thận, vẩy khô hoặc ngâm trong dung dịch H_2SO_4 80%, sau đó tiến hành làm khô.

(2) *Làm khô hóa học*

Mục đích làm khô hóa học là làm cho bề mặt chất dẻo khô, để làm tăng độ bám của chất dẻo với kim loại, làm khô bề mặt chất dẻo thân nước, tiến hành hấp phụ đồng đều. Dung dịch làm khô có thể phân làm hai loại: hệ dung dịch $CrO_3 - H_2SO_4 - H_2O$ và hệ $CrO_3 - H_2SO_4 - H_3PO_4$. Điều kiện làm khô xem bảng 16 – 2.

Bảng 16 – 2. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ làm khô chất dẻo

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>I</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
H_2SO_4	150	250	600	250
CrO_3	5	45 – 50	60	350
Nước	100	100	400	
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	70 – 75	40 – 60	60 – 70	60
Thời gian (phút)	3 – 5	60	60	30

Chú ý: Dung dịch 1 và 3 dung cho ma điện, dung dịch 2 và 4 dùng thông thường

(3) *Làm nhạy*

Làm nhạy là làm cho bề mặt chất dẻo hấp phụ một lớp dễ ôxi hóa (thí dụ ion Sn^{+2}), khi xử lý hóa sẽ sinh ra phản ứng ôxi hóa khử, trên bề mặt chi tiết hình thành màng kim loại quý có tác dụng xúc tác. Chất khử ôxi hóa thường dùng là $SnCl_2$, $TiCl_3$ v.v. Dung dịch làm nhạy thường dùng là $SnCl_2$. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ xem bảng 16 – 3.

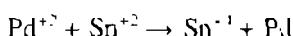
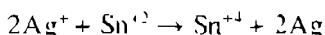
Bảng 16 – 3. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ làm nhạy

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>I</i>	<i>2</i>
$SnCl_2$	40	20
HCl	40 – 80	60
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	Thường	Thường
Thời gian (phút)	30	40

Chú ý: Trong dung dịch còn cho thêm hạt thiếc.

(4) *Hoạt hóa*

Để tạo thành lớp màng mỏng dẫn điện, tạo lớp mạ đồng, cần phải tiến hành xử lý hoạt hóa. Dung dịch hoạt hóa thường dùng là $PdCl_2$, $AuCl_2$, hoặc $AgNO_3$, phản ứng hóa học như sau:



Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ xem bảng 16 - 4.

Bảng 16 - 4. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ hoạt hóa chất dẻo

<i>Thanh phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
AgNO ₃	1 – 2 *	5 *		4,5 *
NH ₃ H ₂ O (ml/l)	10 *	* *	* *	* *
PdCl ₂			0,3 × 10 ⁻³	
HCl (ml/l)			3	
Nước (ml/l)			500	
Nhiệt độ (°C)	Thường	Thường	Thường	Thường
Thời gian (phút)	3 – 5	10	1 – 3	3 – 5

Chú ý:

* Dùng nước cất để pha chế

** Chuẩn cho đèn khi dung dịch từ màu nâu thành màu trong suốt thì dừng lại.

PdCl₂ khó hòa tan trong nước, vì thế cần gia nhiệt HCl, sau đó cho PdCl₂ hòa tan để tạo thành PdCl₄²⁻. Pha chế dung dịch AgNO₃ cần phải dùng nước cất, để để phòng ion Clo có trong nước phản ứng với AgNO₃ tạo thành kết tủa AgCl.

Điều đang chú ý là: Làm nhạy và hoạt hóa tiến hành từng bước để bảo đảm trung tâm kết tinh mật độ cao, bảo đảm sự bám chắc của lớp mạ. Nhưng dung dịch làm nhạy dễ ôxi hóa, cần phải tiến hành rửa triệt để, vì thế hiện nay để xuất phương pháp mới, dùng keo Plasti trực tiếp Hoạt hóa, tức là tiến hành đồng thời làm nhạy, hoạt hóa, gọi là xúc tác. Pha chế dung dịch xúc tác như sau: PdCl₂ 0,2 – 0,3 g/l, SnCl₂ 10 – 40 g/l, HCl 100 – 200 ml/l. Điều kiện xử lý: nhiệt độ 40°C, thời gian 2 – 3 phút.

II. MẠ TRÊN NHỰA ABS

1. Công nghệ mạ

(1) Công nghệ xử lý trước mạ

Công nghệ xử lý trước khi mạ bao gồm xử lý bề mặt, kiểm tra nội ứng lực, tẩy dầu và làm khô.

a) Xử lý bề mặt

Nhựa ABS trong quá trình tạo hình trong khuôn có ứng lực dư. Những chỗ có ứng lực làm cho độ bám chắc lớp mạ không tốt gây hiện tượng tượng rộp hơi khí. Thông thường xử lý bề mặt trong axeton 20%, ngâm trong thời gian 5 – 10 phút.

Phương pháp khử ứng lực trong tủ sấy, nhiệt độ 80°C, thời gian ít nhất là 8 giờ.

b) Phương pháp kiểm tra ứng lực nội

Ngâm sản phẩm ABS tạo hình trong axit axetic, thời gian 2 – 3 phút sau đó rửa sạch bề mặt, để khô. Quan sát trên kính hiển vi phóng đại 40 lần, nếu như trên bề mặt có màu trắng, có nhiều vết nứt, chứng tỏ ứng suất nội chất đèn rất lớn, không thể mạ

được, cần phải xử lý khử ứng suất. Nếu như chất dẻo có màu nguyên bản, chúng tỏ không có ứng suất nội hoặc ứng suất nội rất nhỏ.

c) Tẩy dầu

Có rất nhiều dung dịch tẩy dầu có thể pha chế như sau:

Na_3PO_4	20 g/l	Chất nhũ hóa	1 ml/l
NaOH	5 g/l	Nhiệt độ	60°C
Na_2CO_3	20 g/l	Thời gian	30 phút

Sau khi tẩy dầu, cần phải rửa trong nước nóng, sau đó rửa sạch trong nước thường, trung hòa trong axit H_2SO_4 5%, rửa, tiến hành làm khô. Làm như vậy mới đảm bảo kéo dài thời gian sử dụng dung dịch làm khô.

d) Làm khô

Phương pháp làm khô nhựa ABS có ba loại: Loại hàm lượng H_2SO_4 cao, loại hàm lượng CrO_3 và loại H_3PO_4 , để bảo vệ môi trường nên dùng loại H_2SO_4 cao.

Dung dịch làm khô H_2SO_4 cao:

H_2SO_4	80%	Nhiệt độ	50°C – 60°C
CrO_3	4%	Thời gian	5 – 15 phút

Dung dịch làm khô CrO_3 cao:

CrO_3	26% – 28%	Nhiệt độ	50°C – 60°C
H_2SO_4	13% – 23%	Thời gian	5 – 10 phút

Dung dịch làm khô H_3PO_4 cao:

H_3PO_4	20%	Nhiệt độ	50°C – 60°C
H_2SO_4	50%	Thời gian	5 – 15 phút
CrO_3	30 g/l		

Chi tiết sau khi làm khô phải rửa nước sạch. Vì nồng độ CrO_3 rất cao nên cần phải rửa thu hồi, sau đó rửa nhiều lần ngâm trong dung dịch HCl 5%, cuối cùng rửa sạch rồi mới tiến hành công đoạn sau.

(2) Công nghệ mạ hóa học

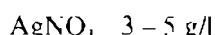
a) Làm nhạy

Dung dịch làm nhạy.

SnCl_2	10 g/l	Nhiệt độ	15 – 30°C
HCl	40 ml/l	Thời gian	3 – 6 phút

Trong dung dịch làm nhạy cần cho thiếc hạt tinh khiết, để kiểm chế sinh ra Sn^{4+} . Chi tiết sau khi làm nhạy, rửa sạch, cuối cùng phải rửa bằng nước cát mới tiến hành hoạt hóa.

b) Hoạt hóa muối bạc



Cho từng giọt NH_3OH đến khi dung dịch trong suốt, nhiệt độ thường, thời gian 5 – 10 phút.

Nếu như dùng phương pháp hoạt hóa keo plađi, không cần công nghệ làm nhạy, sau khi hoạt hóa, thêm công nghệ hòa tan keo.

c) Hoạt hóa muối paladi

Dung dịch hoạt hóa muối paladi:

PdCl₂ 0,2 – 0,4 g/l Nhiệt độ 25 – 40°C
 HCl 1 – 3 ml/l Thời gian 3 – 5 phút

Chi tiết được hoạt hóa nếu không được rửa sạch mà đưa vào dung dịch mạ đồng hóa học sẽ gây nên tự xúc tác phân hủy dung dịch mạ, điểm này cần phải hết sức chú ý.

d) *Mã đồng hóa học*

Má đóng hóa học được sử dụng rộng rãi trong má, chất khử HCHO có tác dụng khử rất mạnh trong dung dịch kiềm. Do dung dịch má đóng dễ bị phân hủy, nên khi pha chế phải ra làm hai loại A và B. Khi sử dụng, đổ dung dịch A vào B, đổ đầy lớp má 0,2 – 0,4 mm

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học nhựa ABS xem bảng 16 - 5.

Bảng 16 – 5. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ ma đồng hóa học nhựa ABS

	<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>I</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
Dung dịch A	KNaC ₄ H ₄ O ₆ ·4H ₂ O	45	50	50
	NaOH	9	10 – 12	10
	Na ₂ CO ₃	4	5	
	C ₇ H ₅ S ₂ N			0,25 × 10 ⁻⁶
Dung dịch B	CuSO ₄ ·5H ₂ O	14	10	10
	NiCl ₂ ·6H ₂ O	4	4	
	HCHO (37%) (ml/l)	53	10 – 15	10
	Nhiệt độ (°C)	20 – 30	20 – 35	30
	Thời gian (phút)	20 – 30	45 – 60	30
	pH	11 – 12,5		

HCHO còn bị ôxi hóa sinh thành CO_2 và nước, nếu như sinh ra CO_2 bay ra trên bề mặt, thì CO_2 bị NaOH hấp phụ sinh thành Na_2CO_3 , vì thế cần bổ sung NaOH . Vấn đề lớn nhất của dung dịch mạ đồng hóa học là không ổn định, vì thế cần giữ gìn cẩn thận, khi dùng khuấy không khí cần phải lọc kịp thời. Khi bổ sung hóa chất tiêu hao, cứ 1 g kim loại cần 4 ml chất khử.

e) *Ma niken hóa học*

Ngoài việc dùng lớp mạ đồng làm chất dẫn điện, còn dùng lớp mạ niken làm lớp dẫn điện. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ xem bảng 16-6.

Bang 16 – 6. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ nhựa ABS

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
NiCl ₂ .6H ₂ O	15 – 30		
NiSO ₄ .7H ₂ O	10 – 20	20 – 30	20 – 30
C ₆ H ₅ O ₂ (m)A)	2 – 5		
NH ₄ Cl	30 – 50		
NaCl	30 – 60		
Na ₂ C ₆ H ₅ O ₂ .2H ₂ O	40 – 80	30 – 60	5 – 15
NaH ₂ PO ₄ .H ₂ O	5 – 15	5 – 20	5 – 15
CH ₃ COONa	5 – 15		
pH	8 – 9	8 – 9	4,5 – 6
Nhiệt độ (°C)	40 – 50	40 – 50	50 – 60
Thời gian (phút)	2 – 5	5 – 15	5 – 10

Chú ý: Nhiệt độ dung dịch cần thấp hơn nhiệt độ biến hình chất dẻo 20°C, để dễ phòng chì tiết biến hình.

Mạ nikén hóa học cần hoạt hóa bằng muối palađi, bởi vì khi hoạt hóa muối bạc không có tác dụng xúc tác với nikén. Lớp mạ nikén không thể tự xúc tác nên không được lớp mạ nikén. Khi không sử dụng dung dịch, cần để ở nhiệt độ thường, điều chỉnh pH = 3 – 3,5 để nâng cao tuổi thọ của dung dịch.

(3) Công nghệ mạ

a) Mạ đồng tăng độ dày

NiSO ₄ .7H ₂ O	150 – 250 g/l	pH = 3 – 5
NiCl ₂ .6H ₂ O	30 – 50 g/l	Mật độ dòng điện 0,5 – 1,5 A/dm ²
H ₃ BO ₃	30 – 50 g/l	Thời gian: Theo yêu cầu
Nhiệt độ	30 – 40°C	

b) Mạ điện trang trí

– Mạ bóng đồng:

CuSO ₄ .5H ₂ O	185 – 220 g/l	Mật độ dòng điện có dòng catôt 2 – 5 A/dm ²
H ₂ SO ₄	55 – 65 g/l	Anôt: Đồng photpho
Chất làm bóng	2 – 5 ml/l	Thời gian 10 – 15 phút
Nhiệt độ	15 – 25°C	

– Mạ bóng nikén:

NiSO ₄ .7H ₂ O	280 – 320 g/l	Nhiệt độ 40 – 50°C
NiCl ₂ .6H ₂ O	40 – 45 g/l	pH = 4 – 5
H ₃ BO ₃	30 – 44 g/l	Mật độ dòng điện 3 – 3,5 A/dm ²
Chất làm bóng	2 – 5 ml/l	Thời gian 10 – 15 phút

– Mạ bóng crôm:

CrO ₃	280 – 360 g/l	Điện thế 3/5 – 8 V
------------------	---------------	--------------------

Na_2SiO_4	5 – 10 g/l	Mật độ dòng điện	3 – 10 A/dm ²
H_2SiO_4	0.2 – 1 g/l	Thời gian	2 – 5 phút
Nhiệt độ	35 – 40°C		

2. Những sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục khi mạ trên nhựa ABS

(1) Lớp mạ hóa học kết tủa không hoàn toàn

Nếu kết tủa không hoàn toàn có quy luật, sản phẩm cần tiến hành khử ứng lực. Nếu kết tủa không hoàn toàn không có quy luật là do làm thô không tốt, hoặc hoạt hóa không tốt, hoặc hiệu suất mạ hóa học giảm.

(2) Lớp mạ hóa học và lớp mạ điện bóng

Cần phải tăng cường làm thô và khử ứng lực

(3) Giữa các lớp mạ bị bong

Do nội ứng lực lớp mạ bóng lớn, chất làm bóng nhiều, pH cao, lớp mạ giữa bị ôxi hóa, thụ động hóa v.v.

(4) Sản phẩm có chỗ bị hòa tan lớp mạ

Nguyên nhân già treo dẫn điện không tốt, tạo thành lưỡng cực, lớp mạ cục bộ bị hòa tan.

(5) Lớp mạ trên nhựa có gai, châm kim

Do tạp chất trong dung dịch mạ, cũng có thể do bột đồng hoặc bùn anot nikén. Hiện tượng châm kim do pH dung dịch mạ bóng nikén thấp, làm cho hydro thoát ra mạnh, chất hoạt động bề mặt thiếu, dung dịch có tạp chất.

(6) Sau khi mạ sản phẩm biến hình

Thiết kế giá treo không hợp lý, không chế công nghệ và thao tác không đúng.

3. Tẩy lớp mạ hỏng

Mạ trên nhựa ABS cần nâng cao chất lượng, sản phẩm đạt quy cách nhiều, không để mạ xong mới kiểm tra. Làm như vậy, khi phát hiện vấn đề phải mạ lại, lãng phí rất nhiều nguyên liệu và thời gian. Cần tăng cường kiểm tra các công đoạn, không để sản phẩm không tốt đi vào công đoạn sau, tránh để mạ lại. Chỉ khi nào phát hiện công nghệ trước sai, mới để sửa chữa, nếu như để mạ xong, kiểm tra mạ lại, gây lãng phí lớn, tẩy lớp mạ khó khăn.

Sản phẩm mạ trên nhựa ABS có thể cho phép tẩy đi mạ lại, sau khi tẩy đi lớp mạ, có thể không làm thô, hoặc thời gian làm thô ngắn rồi tiến hành mạ. Nhưng tẩy đi mạ lại không quá 3 lần, cũng có sản phẩm được 5 lần, nếu vượt quá 5 lần, không thể mạ lại được.

Tẩy lớp mạ hỏng, có thể dùng các phương pháp thông thường. Thí dụ: tẩy lớp mạ crôm trong dung dịch HCl, tẩy lớp mạ đồng trong dung dịch làm thô phế thải, tẩy lớp mạ nikén trong dung dịch HNO_3 , v.v.

Nhưng làm như vậy cần có nhiều bê. Do bản thân nhựa khó ăn mòn, nên dùng phương pháp tẩy một lần. Phương pháp này thích hợp để tẩy các loại lớp mạ. Công nghệ tẩy dầu một lần như sau:

HCl: 50%	Nhiệt độ thường
H ₂ O ₂ : 5 – 10%	Thời gian hèt lớp mạ

H₂O₂ cần cho ít và cho thường xuyên, nếu cho một lần quá nhiều sẽ gây quá nhiệt nghiêm trọng, dẫn đến biến hình. Ngoài ra, lớp mạ crôm có thể tẩy trong HCl đặc, sau đó tẩy trong dung dịch này.

III. MẠ TRÊN NHỰA POLIPROPYLEN (PP)

1. Mạ trên nhựa PP thông thường

(1) Công nghệ mạ trên nhựa PP thông thường

Làm khô trước → Rửa nước → Tẩy dầu → Rửa nước → Làm khô → Rửa nước → Làm khô → Rửa nước → Làm nhạy → Rửa nước → Rửa nước cát → Hoạt hóa bạc → Mạ đồng hóa học → Rửa nước → Mạ điện.

Nếu như sử dụng hoạt hóa paladi, quy trình sau khi hoạt hóa như sau:

Rửa nước → Hoạt hóa paladi → Rửa nước → Tẩy keo → Rửa nước → Mạ nikén hóa học → Rửa nước → Mạ điện.

(2) Làm khô

Sử dụng phương pháp làm khô hai lần.

a) Làm khô trước

Dung dịch xử lý xilen, điều kiện xử lý như sau:

Nhiệt độ	Thời gian
20°C	30 phút
40°C	5 phút
60°C	2 phút
80°C	0,5 phút

Dung dịch làm khô là dung môi hữu cơ, rất khó rửa, đưa vào dung dịch làm khô gây ra mất hiệu quả làm khô, vì thế sau khi làm khô trước, cần tiến hành tẩy dầu. Công nghệ tẩy dầu như sau:

NaOH 20 – 30 g/l	Chất hoạt động bề mặt: 1 – 2 ml/l
Na ₂ CO ₃ 20 – 30 g/l	Nhiệt độ: 60 – 70°C
Na ₃ PO ₄ 20 – 30 g/l	Thời gian: 10 – 30 phút

b) Làm khô lần thứ hai

Dung dịch làm khô như sau:

Dung dịch CrO₃ cao: H₂SO₄ 400 ml/l, nước 600 ml/l, CrO₃ cho đến bão hòa.

Dung dịch H₃PO₄ cao: H₃PO₄ 600 ml/l, nước 400 ml/l, CrO₃ cho đến bão hòa.

Nhiệt độ hai dung dịch trên 70 – 80°C. Thời gian 20 – 30 phút.

(3) *Làm nhạy*

SnCl ₂	40 g/l	Nhiệt độ: 20° C
HCl	40 g/l	Thời gian: 1 – 5 phút

Dung dịch hoạt hóa: PdCl₂ 0,2 g/l; HCl 3 ml/l; Nước 1000 ml/l.

(4) *Dung dịch mạ nikén hóa học tinh axit*

NiSO ₄ ·7H ₂ O	20 – 30 g/l	CH ₃ CH ₂ COOH	1 – 4 ml/l
KNaC ₄ H ₄ O ₆ ·4H ₂ O	20 – 30 g/l	pH = 4,5 – 5,5	
NaH ₂ PO ₄	5 – 15 g/l	Nhiệt độ: 55 – 65° C	

(5) *Dung dịch mạ đồng hóa học*

Dung dịch mạ đồng hóa học xem bảng 16 – 7.

Bảng 16 – 7. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2
KNaC ₄ H ₄ O ₆ ·4H ₂ O	20	5 – 35
NaOH	5	6 – 7
CuSO ₄ ·5H ₂ O	7	3 – 4,5
NiCl ₂ ·6H ₂ O	1	0,5 – 1,5
HCHO (37%) (ml/l)	25	11 – 15
Nhiệt độ (°C)	Thường	Thường
pH	11 – 12,5	12
Thời gian (phút)	10 – 30	5

Pha chế dung dịch mạ đồng hóa học thường dùng hóa chất tinh khiết, nếu không sẽ ảnh hưởng tới thời gian sử dụng. Dung dịch mạ có thể dùng các dung dịch mạ đã giới thiệu mạ trên nhựa ABS, cũng có thể dùng công nghệ mạ khác.

1. Mạ trên nhựa PP dùng cho mạ điện

(1) *Làm thô nhựa PP dùng cho mạ*

CrO ₃	30 – 60 g/l	Nhiệt độ	70 – 80°C
H ₂ SO ₄	500 – 700 g/l	Thời gian	5 – 30 phút

Trong quá trình làm thô, cần phải lay động chi tiết.

(2) *Công nghệ mạ trên nhựa PP dùng cho mạ*

Quy trình công nghệ như sau:

Tẩy dầu → Rửa nước → Trung hòa H₂SO₄ 5% → Rửa nước → Làm thô → Rửa nước → Làm nhạy → Rửa nước → Hoạt hóa palladi → Rửa nước → Mạ Niken hóa học → Rửa nước → Mạ.

Công nghệ tẩy dầu có thể dùng công nghệ tẩy dầu thông thường. Làm thô, làm nhạy dùng công nghệ đã giới thiệu trước. Mạ hóa học có thể dùng công nghệ mạ hóa học nhựa PP thông dụng, cũng có thể dùng các công nghệ mạ khác.

3. Những nhân tố ảnh hưởng đến chất lượng mạ nhựa PP

Nếu lớp mạ hóa học kết tủa không hoàn toàn, lớp mạ có bọt khí v.v. trước hết kiểm tra công nghệ làm thô. Những vấn đề khác dễ phát sinh cũng như mạ trên nhựa ABS, các vấn đề như giá treo, tiếp xúc điện, quản lý dung dịch v.v. có thể tham khảo phần mạ trên nhựa ABS.

IV. MẠ ĐÔNG HÓA HỌC TRÊN NHỰA POLLURETHAN

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học trên nhựa popllurethan, xem bảng 16 – 8.

Bảng 16 – 8. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ đồng hóa học

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	10	5
$\text{KNaC}_8\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	10	25
$\text{Na}_2\text{N}_3\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_8$	19	
HCHO (36%) (ml/l)	12	10
$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ (mg/l)	6 – 12	
Chất ổn định (mg/l)		0,1
NaOH		7
pH	12 – 13	11 – 15
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	30	30 – 60
Thời gian (phút)	30	

Pha chế dung dịch:

Cho $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, NaOH, chất tạo phức, hòa tan riêng biệt trong nước nóng 50 – 60 $^{\circ}\text{C}$, để nguội đến nhiệt độ thường. Trong bể mạ cho một ít nước, lần lượt cho chất tạo phức, NaOH, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$, cuối cùng cho HCHO, nước đến mức quy định.

V. MẠ TRÊN NHỰA POLICACBONAT (PC)

1. Công nghệ mạ trên nhựa PC

Quy trình công nghệ: Làm thô trước → Rửa nước → Làm thô hóa học → Rửa nước → Rửa nước → Rửa HCl 5% → Rửa nước → Lam nhạy → Rửa nước → Hoạt hóa → Rửa nước → Mạ hóa học → Rửa nước → Ma điện.

2. Làm khô, làm nhạy và hoạt hóa

(1) Làm khô trước

Cần phải kiểm tra nội ứng lực chất dẻo PC, phương pháp như sau:

a) Phương pháp CCl_4

Nhúng vào dung dịch CCl_4 100%, ở nhiệt độ thường, thời gian 30 – 60 giây, rửa, quan sát vết nứt. Nếu như phát hiện vết nứt, chứng tỏ có nội ứng lực, sản phẩm có nội ứng lực cần phải khử ứng lực.

b) Phương pháp axeton

Nhúng sản phẩm vào dung dịch axeton 70%, cho 30% nước, thời gian 1 phút, rửa, quan sát vết nứt. Nếu như không có vết nứt, có thể làm khô trước trong dung dịch methanol, etylic, tricloetylen v.v. Nếu như làm khô nhiều, trên bề mặt có sự ăn mòn, khi làm khô về sau dễ phát sinh làm khô quá đà.

(2) Làm khô

Làm khô nhựa PC có thể tiến hành trong dung dịch làm khô nhựa ABS, nhưng nhiệt độ cần $70 - 80^{\circ}C$. Lúc này dung dịch làm khô có chất khí độc hại bay ra, cho nên cần có thiết bị hút độc, để bảo đảm an toàn cho người thao tác.

(3) Làm nhạy

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ như sau:

$SnCl_2$ 40 g/l Nhiệt độ: Thường

HCl 10 ml/l Thời gian: 5 – 10 phút

(4) Hoạt hóa

Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ như sau:

$PdCl_2$ 0,5 g/l Nhiệt độ: Thường

HCl 10 ml/l Thời gian: 5 – 10 phút

3. Mạ hóa học

Sản phẩm chất dẻo nhựa PC đã xử lý hoạt hóa có thể mạ никen hóa học. Có thể sử dụng dung dịch mạ никen hóa học tinh kiềm, nâng cao nhiệt độ thích hợp, phải dùng Na_2CO_3 , để điều chỉnh pH, không dùng NH_4OH . Pha chế dung dịch như sau:

$NiSO_4 \cdot 7H_2O$ 15 – 30 g/l $Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$ 3 – 8 g/l

NaH_2PO_4 5 – 20 g/l $pH =$ 7 – 9

CH_3COOH 5 – 15 g/l Nhiệt độ: 50 – $70^{\circ}C$

CH_3COOH 1 – 3 ml/l

4. Mạ điện

Nhựa PC sau khi mạ никen hóa học có thể mạ tăng độ dày đồng hoặc никen. Cần căn cứ vào yêu cầu sử dụng mà mạ các loại mạ khác. Quy trình công nghệ mạ giống như quy trình mạ trên nhựa ABS.

VI. LÀM THÔ BỀ MẶT CHẤT DÈO KHÁC

Quy trình công nghệ mạ các loại nhựa khác phản ứng giống nhau, đặc biệt là công nghệ mạ, ngoài một số yêu cầu đặc biệt, cơ bản là giống nhau. Chỉ có phương pháp làm khô, mỗi loại chất dẻo có sự khác nhau.

1. Làm khô chất dẻo polistiron (PS)

Chất dẻo PS tính ổn định hóa học kém, làm khô trước có thể xử lý trong dung dịch dưới đây:



Nhiệt độ: 50 – 80°C



Thời gian: 3 – 30 phút

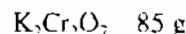
2. Làm khô chất dẻo policlovinyl (PVC)

Nhựa PVC không thể sử dụng ở nhiệt độ cao hơn 60°C, chịu dung môi kém, có thể làm khô một trong hai dung dịch dưới đây:

* Phương pháp 1:



Nhiệt độ: 50 – 80°C

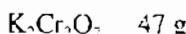


Thời gian: 3 – 45 phút

* Phương pháp 2:



Nhiệt độ: 60 – 80°C



Thời gian: 3 – 45 phút



3. Làm khô nhựa politetraFlövinyl (PTFE)

Nhựa PTFE là nhựa có tính ổn định hóa học cao, chỉ có tác dụng với kim loại kiềm. Có thể cho natri hòa tan trong Naphtalen và C₄H₈O để xử lý nhựa PTFE, tức là lấy 128 g Naphtalen và 23 g natri hòa tan trong 1 lít C₄H₈O, khuấy 2 giờ, dung dịch có màu đen thì sử dụng được. Dung dịch được bảo quản ở nhiệt độ thấp. Phương pháp làm khô là đem nhựa PTFE nhúng vào dung dịch trên, thời gian 1 – 30 giây. Sau khi xử lý xong có thể rửa bể mặt trong axeton, rượu etylic v.v. Khi xử lý, bề mặt chất dẻo có màu nâu là tốt, nếu thời gian càng dài, bề mặt có màu đen. Nếu sử dụng phương pháp này thì không an toàn.

4. Làm khô nhựa thủy tinh hữu cơ (PMPA)

Thủy tinh hữu cơ được dùng rộng rãi, nhưng chịu dung môi kém, độ giãn lớn. Phương pháp làm khô như sau:

Ngâm trong dung dịch: axeton 50%, etylic 50%, thời gian ngâm 5 phút. Sau đó, rửa nhiều lần trong dịch CrO₃ 20%, đến khi toàn bộ bể mặt thản nước.

5. Làm thô nhựa phenoformaldehit (PF)

Nhựa PF dùng nhiều trong công nghiệp, cho thêm chất độn tạo thành nguyên liệu có tính năng khác nhau. Phương pháp làm thô như sau:

H₂SO₄ 1000 ml HCl: 3 ml Nhiệt độ: 40°C

HNO₃ 500 ml Nước: 120 ml Thời gian: 1 – 3 phút

Cũng có thể dùng phương pháp sau: CrO₃: 10 g/l, H₂SO₄: 32 g/l, nhiệt độ: 60°C.

6. Làm thô nylon (PA)

Nylon là loại nhựa được dùng rộng rãi trong lĩnh vực điện tử và ôtô, tính ổn định hóa học cao, khó làm thô. Có thể làm thô trong các dung dịch sau:

Dung dịch 1: CrO₃, 75 g/l H₂SO₄, 460 g/l

Dung dịch 2: K₂Cr₂O₇, 100 g/l H₂SO₄, 1200 g/l

7. Làm thô nhựa polietylen (PE)

Nhựa PE tiến hành làm thô khó, có thể xử lý như sau :

Làm thô trước:

Xilen: 100%, Nhiệt độ thường, Thời gian: 30 – 60 giây

Làm thô:

HNO₃: 20 – 40%, HCl: 60 – 80%, Nhiệt độ: 65°C . Thời gian: 60 giây

VII. MẠ TRỰC TIẾP

Công nghệ mạ trực tiếp phát hiện từ năm 1963, đến năm 1980 mới thực hiện trong công nghiệp. Công nghệ mạ trực tiếp căn cứ vào tính chất dẫn điện khác nhau, mà phân ra làm ba loại: loại dẫn điện cao phân tử, hệ Pd/Sn, hệ huyền phù hạt cacbon.

1. Hệ Pd/Sn

(1) Công nghệ hoạt hóa Pd/Sn

Công nghệ hoạt hóa Pd/Sn làm tăng tốc độ mạ điện trên 100 lần, được thực hiện trong công nghiệp. Mạ trực tiếp không những chỉ áp dụng cho loại nhựa ABS, nhựa ABS/PC mà còn dùng cho các loại nhựa khác.

a) Hoạt hóa

Nhựa sau khi làm thô nhúng vào dung dịch hoạt hóa keo paladi (PdCl₂ 10 g/l, SnCl₂ 500 g/l, HCl 300 ml/l). Nồng độ Pd⁺2 lớn hơn nồng độ hoạt hóa bình thường gấp 100 lần. Trong dung dịch bão hòa, nhựa dễ hấp phụ ion Pd⁺².

b) Hòa tan keo

Sau khi rửa, hòa tan keo trong dung dịch NaOH 4 g/l thời gian 5 phút.

c) Tăng tốc

Sau khi rửa, nhúng vào dung dịch Na₂S, thời gian 2 phút, sau đó có thể mạ trực tiếp.

(2) Công nghệ Futuron

Công nghệ Futuron do công ty Atotech phát minh năm 1996. Công nghệ này dùng để mạ nhựa ABS hoặc hỗn hợp nhựa ABS với các loại nhựa khác, không phải mạ hóa học, trực tiếp kim loại hóa.

a) Quy trình công nghệ Futuron

Tẩy dầu → Làm khô → Khử Cr⁶⁺ → Ngâm → Hoạt hóa Futuron → Đóng thay thế thiếc → Mạ đồng.

Dung dịch hoạt hóa Futuron, nồng độ Palladi 250 – 300 mg/l, sau khi hoạt hóa, trên bề mặt chất dẻo tạo thành lớp mạ phức hợp Pd – Sn, trong dung dịch trao đổi đồng, thiếc thay thế đồng, trên bề mặt chất dẻo có lớp dẫn điện. Sau khi rửa, có thể trực tiếp mạ điện.

b) Ưu điểm công nghệ Futuron

Không cần mạ hóa học, thao tác dễ dàng, dung dịch ổn định, phế phẩm ít, xử lý nước thải đơn giản. Quy trình công nghệ và thời gian rút ngắn 30%, nâng cao năng suất, chất lượng sản phẩm tốt hơn công nghệ truyền thống.

Do không mạ hóa học, vì thế mạ nhựa ABS bắt đầu từ làm khô, đến khi mạ xong, không phải thay đổi giá treo, tạo điều kiện để mạ liên tục tự động hóa.

2. Hệ huyền phù hạt cacbon

(1) Quy trình công nghệ mạ trên bề mặt thủy tinh

Xử lý bề mặt → Tẩy dầu hóa học → Tạo lớp dẫn điện → Mạ (mạ đồng hóa học bong) → Kiểm tra độ bám chắc.

(2) Xử lý bề mặt

a) Xử lý cơ khí

Dùng giấy ráp số 200 để xử lý thô bề mặt, tăng diện tích bề mặt chi tiết.

b) Làm khô hóa học

Ăn mòn trong dung dịch axit, dung dịch làm khô HF 125 ml/l, H₂SO₄ 125 ml/l.

c) Xử lý phun cát

Phun cát bằng không khí nén, hạt cát phun có số 80 – 100.

(3) Tẩy dầu

Pha chế tẩy dầu: Na₃PO₄ 5 – 30 g/l, Na₂CO₃ 30 – 58 g/l, NaOH 60 – 80 g/l, chất nhũ hóa OP 2 g/l, nhiệt độ 80°C, thời gian 30 phút.

(4) Tạo lớp dẫn điện

Hỗn hợp graphit và thủy tinh lỏng → Quét lên bề mặt sản phẩm → Đổ ở nhiệt độ thường 12 giờ, → 120°C 5 giờ, → 380°C 2 giờ, → 450°C 2 giờ, → Lấy ra để nguội.

(5) Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ mạ

H ₂ SO ₄ :	60 g/l	Nhiệt độ: 20 – 40°C
HCl:	4 ml/l	Thời gian: 60 phút
CuSO ₄ ·5H ₂ O:	180 – 220 g/l	Mật độ dòng điện: 2 – 4 A/dm ²
Chất làm bóng:	4 ml/l	

(6) Chú ý sự có

- a) Độ bám chắc lớp mạ tăng lên khi hàm lượng grafit tăng lên, khi hàm lượng grafit tăng lên đến 25%, độ bám chắc lớp mạ giảm xuống.
- b) Nồng độ thủy tinh tăng lên, độ bám chắc lớp mạ tăng lên, nhưng khi đạt đến 3,4%, độ bám chắc lớp mạ giảm xuống.
- c) Nếu quét 1 lần đến 2 lần, lớp dẫn điện đóng đều, lớp mạ bám chắc với nền. Khi quét nhiều lần, lớp dẫn điện quá dày, độ bám chắc lớp mạ giảm xuống, số lần quét khoảng 2 lần là thích hợp.

Chương 17

ÔXI HÓA NHÔM VÀ HỢP KIM NHÔM

Nhôm và hợp kim nhôm là một kim loại nhẹ, có tỷ trọng nhẹ, cường độ cao, dẫn điện và dẫn nhiệt tốt, dễ tạo hình, không có tính giòn ở nhiệt độ thấp, được sử dụng rộng rãi trong công nghiệp hàng không, vật liệu kiến trúc, giao thông vận tải, sản phẩm điện tử v.v. Nhôm và hợp kim nhôm dễ tạo thành màng ôxi hóa rất mỏng (độ dày 0,01 – 0,02 μm), trong không khí có độ bền chống gỉ nhất định. Nhưng lớp màng ôxi hóa này không có tính thế, làm cho bề mặt nhôm mất đi độ bóng vốn có. Ngoài ra, màng ôxi hóa có nhiều lỗ xốp không đồng đều, độ bền chống gỉ không tốt, dễ nứt vỡ. Vì thế, các sản phẩm nhôm và hợp kim nhôm thường phải tiến hành ôxi hóa.

Ôxi hóa nhôm và hợp kim nhôm phân làm hai loại: ôxi hóa hóa học và ôxi hóa điện hóa. Cấu tạo và tính năng màng ôxi hóa thay đổi do dung dịch và điều kiện ôxi hóa. Ôxi hóa hóa học được màng mỏng, ôxi hóa điện hóa được màng dày, là phương pháp được sử dụng rộng rãi nhất. Căn cứ vào công dụng màng ôxi hóa, có thể phân làm mấy loại như sau:

1. Lớp màng ôxi hóa bảo vệ

Chủ yếu dùng để nâng cao tính chống gỉ của nhôm, có thể thu được lớp màng bằng phương pháp hóa học và điện hóa.

2. Lớp màng ôxi hóa bảo vệ trang trí

Ngoài nâng cao tính chống gỉ, còn làm cho bề mặt nhôm có nhiều màu sắc khác nhau, màng này thu được bằng phương pháp điện hóa.

3. Lớp màng ôxi hóa có nhiều tính năng

Trong dung dịch điện phân đặc biệt, màng ôxi hóa có tính năng đặc biệt. Có thể thu được lớp màng này bằng phương pháp hóa học và điện hóa. Theo công dụng của màng, có thể phân làm các loại như sau:

a) Màng ôxi hóa cứng

Chủ yếu để nâng cao tính chịu mài mòn của lớp ôxi hóa nhôm, còn gọi là ôxi hóa cứng, độ cứng lớp màng có thể đạt trên 300 HV.

b) Màng ôxi hóa tự bôi trơn

Trước tiên, ôxi hóa cứng, trên lớp màng này thông qua phương pháp kết tủa, làm cứng bằng việc kết tủa chất rắn bôi trơn như MoS_2 , $(\text{CF})_n$ v.v. để làm giảm hệ số ma sát trên bề mặt nhôm.

c) Lớp màng ôxi hóa dẫn điện

Qua phương pháp hóa học, thu được lớp màng ôxi hóa dẫn điện, chủ yếu để xử lý chi tiết dụng cụ điện, màng ôxi hóa này rất mỏng.

d) Màng ôxi hóa từ tính

Trên lớp màng ôxi hóa điện hóa có nhiều lỗ xốp, kết tủa được một số ion kim loại như Fe, Co, Ni v.v.

e) Màng ôxi hóa cách điện

Lớp màng ôxi hóa điện hóa có tính chất cách điện tốt.

i) Màng ôxi hóa hấp phụ quang

Trong lớp màng nhiều lỗ xốp, kết tủa kim loại hệ sắt, có thể thu được lớp màng ôxi hóa kim loại màu đen, dùng làm tám tệp trung nhiệt màu đen.

I. ÔXI HÓA HỌC NHÔM VÀ HỢP KIM NHÔM

1. Công nghệ ôxi hóa hóa học

Ôxi hóa hóa học được lớp màng ôxi hóa mỏng (độ dày 0,5 – 3 μm), nhiều lỗ, khả năng hấp phụ tốt, mềm, không chịu mài mòn, độ bền chống giã thấp hơn ôxi hóa điện hóa. Vì vậy, ngoài công dụng đặc biệt, nó không có tác dụng bảo vệ, thông thường chỉ làm lớp lót cho sơn.

Thiết bị ôxi hóa hóa học đơn giản, thao tác thuận tiện, năng suất cao, giá thành thấp, phạm vi sử dụng rộng rãi. Những chi tiết có kích thước lớn hoặc tổ hợp chi tiết, chi tiết rất nhỏ, không dùng phương pháp điện hóa được, thường dùng phương pháp ôxi hóa hóa. Thành phần dung dịch có thể phân làm các loại hệ muối crôm tính kiềm, hệ muối crôm, hệ muối crôm và muối molybdat, dung dịch chủ yếu gồm muối crôm, muối bi crôm và muối nitrat v.v. cũng có thể sử dụng một ít H_2O_2 và KMnO_4 . Để tiến hành ôxi hóa hóa học, có thể căn cứ vào tác dụng cụ thể của màng ôxi hóa mà chọn loại dung dịch.

(1) Công nghệ ôxi hóa hóa học

Xem bảng 17 – 1.

Bảng 17 – 1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ ôxi hóa hóa học

Loại	Dung dịch ôxi hóa		Chế độ công nghệ		Đặc điểm
	Thành phần	Hàm lượng (g/l)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)	
Loại muối crômat tính kiềm	Na ₂ Cr ₂ O ₇	3 – 3,5	Thường	3 – 5 phút	Độ dày 0,5 μm không màu hoặc màu nâu, lõi xốp ít, chống giật tốt, dùng để xử lý chi tiết lớn và phức tạp
	CrO ₃	2 – 4			Màu nâu vàng đến đến màu cầu vồng, lõi xốp ít, chống giật tốt, dùng để xử lý chi tiết hàn
	NaF	0,8			
Loại muối crôm	K ₂ CrO ₇	2 – 4	50 – 60	10 – 15	Màng dày 0,5 μm, màu nâu vàng, chống giật kém, dùng để ôxi hóa nhôm và magiê tinh khiết và hợp kim nhôm – magiê
	CrO ₃	1 – 2			
	NaF	0,1 – 1			
	Na ₂ CrO ₄	15	80 – 100	5 – 8	Màng dày 0,5 μm, màu nâu vàng, chống giật kém, dùng để ôxi hóa nhôm và magiê tinh khiết và hợp kim nhôm – magiê
	Na ₂ CO ₃	20			
	NaOH	2 – 2,5			
	CrO ₃	5	Thường	5 – 10	Độ dày 1 μm, dùng làm lớp lót cho sơn
	Na ₂ SiO ₃	5			
	K ₂ Fe(CN) ₆	0,5			Màng có màu cầu vồng, dẫn điện tốt, dùng để ôxi hóa chì tinh cát có tính chất dẫn điện
	CrO ₃	5	30 – 35	25 – 30 phút	
	NaF	1			

(2) Xử lý sau khi ôxi hóa

Chi tiết sau khi ôxi hóa cần phải xử lý, cụ thể công nghệ xem bảng 17 – 2.

Bảng 17 – 2. Công nghệ xử lý sau khi ôxi hóa nhôm và hợp kim nhôm

Xử lý sau khi ôxi hóa	Dung dịch xử lý		Chế độ công nghệ			Bị chúa
	Thành phần	Hàm lượng (g/l)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	
Xử lý bịt lỗ	K ₂ Cr ₂ O ₇	30 – 50	90 – 95	5 – 10	≤ 70	Thích hợp ôxi hóa tính axit
Xử lý thụ động hóa	CrO ₃	20	Thường	5 – 15	≤ 50	Thích hợp ôxi hóa tính kiềm

2. Pha chế dung dịch

Nếu hóa chất là chất rắn, trước tiên cho vào bể mạ nước cất có thể tích 2/3 hế, sau đó cho từng loại hóa chất rắn đến khi hòa tan hoàn toàn, sau đó cho axit và các hóa chất khác. Cần phải khuấy dung dịch, tiến hành ôxi hóa tấm nhôm lá đèn khi dung dịch ổn định.

Dung dịch mới pha, hợp chất Flo ở mức độ giới hạn dưới.

3. Bảo vệ công nghệ

- Bảo đảm dung dịch không có dầu mỡ tạp chất;
- Cân định kỳ lọc dung dịch để loại tạp chất thông thường, nửa năm xử lý một lần. Nếu ôxi hóa nhiều chí tiết thời gian xử lý ngắn lại;
- Không cho các dung dịch khác rơi vào dung dịch;
- Ôxi hóa tính axit, nhiệt độ không cao quá, để tránh ion Flo bay hơi;
- Định kỳ phân tích dung dịch, điều chỉnh các thành phần theo kết quả phân tích.

II. CÔNG NGHỆ ÔXI HÓA NHÔM ĐIỆN HÓA

Công nghệ ôxi hóa nhôm điện hóa là công nghệ được dùng rộng rãi nhất, có những đặc điểm sau:

- Giá thành thấp;
 - Dùng cho phần lớn nhôm hợp kim, màng ôxi hóa có cấu tạo nhiều lỗ xốp không màu, dễ nhuộm màu;
 - Độ cứng màng cao, chịu mài mòn tốt;
- Thành phần dung dịch gồm có hệ axit H_2SO_4 , hệ CrO_3 , hệ $H_2C_2O_4$

1. Ôxi hóa điện hóa dung dịch H_2SO_4

(1) Công nghệ ôxi hóa điện hóa dung dịch H_2SO_4

Ôxi hóa điện hóa dung dịch H_2SO_4 để tạo màng trang trí và màng cứng. Công nghệ ôxi điện hóa trang trí xem bảng 17 – 3.

Bảng 17 – 3. Công nghệ ôxi hóa điện hóa dung dịch H_2SO_4

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>
H_2SO_4	150 – 200	150 – 160	200 – 320	100 – 150	180 – 360	120 – 140
$NiSO_4 \cdot 7H_2O$			8 – 10			
$H_2C_2O_4$					55	15
$C_6H_4O_7$ (ml/l)		50			5 – 15	
$H_4C_6O_6$.			40
Chất phụ gia					60 – 100	
Nhiệt độ ($^{\circ}C$)	15 – 25	20	20 – 30	15 – 25	5 – 30	20 – 30
Mật độ dòng điện (A/dm^2)	0.8 – 1,5	1,1 – 1,5	2 – 3	3 – 4	4 – 6	1 – 1,5
Điện thế (V)	12 – 22	18 – 20	18 – 20	16 – 24	15 – 25	15 – 45
Thời gian (phút)	30 – 40	30 – 60	30 – 40	30 – 40	30 – 40	18 – 24
Nguồn điện	Một chiều	Một chiều	Một chiều	Xoay chiều	Xoay chiều	Xoay chiều

Chú ý: Pha chế 1: Thông thường.

Pha chế 2: Nhôm hợp kim xây dựng.

Pha chế 3: Ôxi hóa nhanh, nhiệt độ rộng.

Pha chế 4: Ôxi hóa xoay chiều, màng mỏng, mềm.

Pha chế 5: Màng cứng, dày, độ dày lớn.

Pha chế 6: Nhiệt độ rộng, màng ôxi hóa mịn.

(2) Tác dụng các thành phần ôxi hóa điện hóa

a) H_2SO_4

H_2SO_4 là thành phần chủ yếu, ảnh hưởng đến cấu tạo và sự hình thành màng. Nếu hàm lượng H_2SO_4 thấp, điện trở dung dịch cao, điện áp tăng, lỗ xốp giảm, nhuộm màu kém. Hàm lượng H_2SO_4 tăng lên trong phạm vi quy định, tạo màng ôxi hóa nhiều lỗ xốp dày, nhuộm màu tốt. Nhưng nếu hàm lượng H_2SO_4 cao quá, độ hòa tan màng tăng cao, tốc độ tạo màng giảm.

b) Ni^{+2}

Cho ion Ni^{+2} thích hợp, nâng cao tốc độ tạo màng, phạm vi sử dụng mật độ dòng điện và nhiệt độ rộng.

c) Axit hữu cơ và glycerin ($C_3H_8O_7$)

Axit hữu cơ và glycerin hấp phụ trên bề mặt màng, làm giảm tốc độ nâng cao của ion H^{+1} . Trong quá trình tạo màng, tốc độ hòa tan màng giảm đi.

d) Nhiệt độ

Phản ứng ôxi hóa là phản ứng tỏa nhiệt trong quá trình ôxi hóa, nhiệt độ không ngừng lên cao, làm tăng tốc độ hòa tan màng, hiệu suất tạo màng giảm. Vì thế, cần phải khống chế nhiệt độ ôxi hóa trong phạm vi quy định, tốt nhất trong quá trình ôxi hóa khuấy và tuần hoàn. Nhiệt độ không thấp quá, để tránh màng ôxi hóa giờ. Thông thường khống chế nhiệt độ trong phạm vi 15 – 25°C.

d) Mật độ dòng điện

Mật độ dòng điện là nhân tố ảnh hưởng quan trọng đến tốc độ tạo màng và cấu tạo màng. Mật độ dòng điện lớn, tốc độ tạo màng nhanh, lỗ xốp nhiều, dễ nhuộm màu. Nhưng nếu mật độ dòng điện lớn, tốc độ hòa tan màng nhanh, đặc biệt là chi tiết có hình dáng phức tạp, mật độ dòng điện không đồng đều, tạo màng không đồng đều, nhuộm màu không đồng nhất.

e) Điện thế

Điện thế cao, độ cứng và tính chịu mài mòn cao, nhưng lỗ xốp nhỏ, hiệu quả nhuộm màu kém. Thông thường khống chế điện thế trong khoảng 15 – 20 V, nếu cao quá màng tạo thành rãnh, không kín khít.

g) Thời gian và nhiệt độ

Cân cứ vào thành phần dung dịch, độ dày màng có quan hệ với thời gian và nhiệt độ. Khi nhiệt độ thấp, thời gian dài, màng càng dày, khi nhiệt độ cao, thời gian dài, màng càng mỏng.

h) Buộc sống và nguồn điện

Dòng điện một chiều, tốc độ tạo màng nhanh, độ cứng cao, chịu mài mòn tốt nhưng tính xuyên thấu của màng kém, ánh hưởng tới hiệu quả nhuộm màu. Dòng điện xoay chiều, tạo màng mỏng, nhưng hiệu quả nhuộm màu tốt. Dùng dòng điện đổi chiều thu được lớp màng tối hơn dòng một chiều

i) Nguyên liệu catôt

Sử dụng catôt là những tấm chì hoặc hợp kim chì không có Antimol. Ngoài ra, dung dịch ôxi hóa trước khi sử dụng cần có thời gian điện phân, để dung dịch có ion nhôm với hàm lượng nhất định, có lợi cho việc tạo màng, thông thường hàm lượng của nó nhỏ hơn 20 g/l. Trong dung dịch có ion khác, ánh hưởng đến hiệu quả ôxi hóa, cần phải không chế trong phạm vi nhất định.

(3) Pha chế dung dịch

Khi pha chế dung dịch, cho nước vào bể mạ chiếm 2/3 thể tích, sau đó cho dần dần dung dịch H_2SO_4 với số lượng cần thiết, vừa cho vừa khuấy, sau đó cho các thành phần khác, sau khi hòa tan hết cho nước đến mức quy định. Khi cho H_2SO_4 vào nước, phải cho từ từ, vừa cho vừa khuấy, nếu không dung dịch sẽ quá nhiệt, sôi. cấm không được cho nước vào H_2SO_4 .

(4) Bảo vệ dung dịch

a) Bảo vệ dung dịch

Pha chế dung dịch phải dùng nước khử ion, các hóa chất phải đảm bảo chất lượng, tránh đưa tạp chất vào. Trong quá trình thao tác, cần phải tăng cường rửa, trước khi đưa vào bể cần phải rửa bằng nước khử ion. Định kỳ phân tích dung dịch và bổ sung kịp thời, bảo đảm chất lượng sản phẩm.

b) Không chế các tham số công nghệ

Trong quá trình sản xuất, cần cứ vào mật độ dòng điện và diện tích bề mặt để tính toán dòng điện thích hợp. Khi diện tích bề mặt dễ tính toán, dùng phương pháp điều chỉnh dòng điện không đổi. Khi diện tích bề mặt phức tạp, dùng phương pháp điều chỉnh điện thế không đổi, nhưng phải bảo đảm độ dày các bộ phận đồng đều.

c) Chú ý thao tác

Chi tiết và giá treo cần tiếp xúc tốt, tốt nhất nguyên liệu giá treo giống như chi tiết, chi tiết có nguyên liệu khác nhau cần phải xử lý khác nhau để nhuộm màu đồng đều. Tránh mất điện hình thành hai lớp, cứ $1m^3$ dung dịch ôxi hóa $3,3 m^2$ chi tiết là thích hợp. Độ dày màng có thể tính toán theo công thức sau:

$$\text{Độ dày} (\mu\text{m}) = 0,3 \times \text{Mật độ dòng điện} (\text{A}/\text{dm}^2) \times \text{Thời gian điện phân (phút)}$$

Hệ số 0,3 có thể điều chỉnh căn cứ vào thực tế.

d) Tạp chất trong dung dịch

Trong quá trình ôxi hóa, sự hòa tan nhôm và các kim loại khác làm cho tạp chất dung dịch tăng cao. Tạp chất có hại nhất ánh hưởng tới màng ôxi hóa là ion Cl^- , Al^{3+} , Cu^{2+} , dầu mỡ v.v. Dầu mỡ đưa vào do rửa chi tiết không sạch, ion Cl^- đưa vào do rửa chi tiết, vì vậy phải chú ý chất lượng nước rửa

Hàm lượng tạp chất ion trong dung dịch vượt quá 0,2 g/l, trên bề mặt chi tiết có điểm ăn mòn màu đen. Thông thường hàm lượng Al^{+3} không vượt quá 20 g/l, hàm lượng Cu^{+2} là 0,02 g/l. Hàm lượng nhôm, đồng, sắt quá nhiều, ảnh hưởng đến độ bóng, độ bền chống giật, hấp phụ của màng, nhuộm màu khó, làm giảm tính bền của màu, đồng thời còn sinh ra vết, điểm đen.

Khử Cu^{+2} bằng cách thường xuyên rửa catôt chì và tiến hành điện phân với dòng điện nhỏ, làm cho đóng kết tủa trên catôt. Khử Al^{+3} bằng cách gia nhiệt dung dịch 40 – 50°C, vừa khuấy vừa cho $(NH_4)_2SO_4$ làm cho nhôm tạo thành $Al_2(SO_4)_3$ kết tủa, sau đó lọc dung dịch. Ảnh hưởng các tham số công nghệ đến tính năng màng xem bảng 17 – 4.

Bảng 17 – 4. Ảnh hưởng các tham số công nghệ đến tính năng màng

<i>Chế độ công nghệ</i>	<i>Điện thế</i>	<i>Độ dày màng</i>	<i>Số lỗ xóp</i>	<i>Độ cứng</i>	<i>Chịu mài mòn</i>	<i>Ăn mòn nén</i>	<i>Độ bám chắc</i>
Giảm nồng độ H_2SO_4	↑	↑	↓	↓	→	↓	↓
Nâng cao nhiệt độ	↓	↓	↑	↓	→	↑	↑
Tăng mật độ dòng điện	↑	↑	↓	↑	→	↓	↓
Giảm thời gian oxi hóa	↑		↑	↑	↓	↓	↓
Nâng cao độ đồng đều hợp kim	↑	↓	↑	↓	↓	↑	↑
Dòng điện xoay chiều	↓	↑	↓	↑	↓	↓	↓

Chú ý: ↑ Tăng lên, → Không ảnh hưởng, ↓ Giảm xuống

(5) Những sự cố thường xảy ra và phương pháp giải quyết

a) Sau khi mạ xong xuất hiện vết hoa

Nguyên nhân chủ yếu xuất hiện vết hoa khi tẩy dầu là: nhiệt độ tẩy dầu cao, nồng độ kiềm cao, sau khi tẩy kiềm không kịp thời rửa, rửa không sạch, dung dịch kiềm sử dụng quá lâu. Khi trên bề mặt có hoa, dùng giấy ráp nước để đánh bóng hoặc xoa bằng bàn chải đồng, sau đó tẩy kiềm.

b) Trên bề mặt màng oxi hóa có vết thô

Do khi tẩy kiềm, làm bóng trong dung dịch HNO_3 , không rửa sạch HNO_3 , dẫn đến sự ăn mòn v.v. Rửa sạch sau khi làm bóng có thể loại bỏ hiện tượng này.

c) Trên bề mặt chi tiết có màu đỏ, tối

Hiện tượng này do tiếp xúc điện không tốt trên bề mặt chi tiết chưa hoàn toàn tạo màng oxi hóa. Màu đỏ sinh ra do tạo thành ion đồng của phản ứng trao đổi giữa chi tiết và dung dịch. màu tối là do hợp kim nhôm bị ăn mòn gây nên. Khi xử lý giá treo, tăng độ dẫn điện có thể khắc phục hiện tượng này.

d) Sản phẩm sau khi oxi hóa đinh

Hiện tượng này do nồng độ ion Al^{+3} cao. Phương pháp xử lý thông thường là thay mới phần dung dịch.

2. Ôxi hóa điện hóa dung dịch $H_2C_2O_4$

Ôxi hóa điện hóa dung dịch $H_2C_2O_4$, có độ hòa tan nhỏ, thu được lớp màng dày, độ dày đạt đến $60 \mu\text{m}$. Cơ chế phản ứng ôxi hóa điện hóa dung dịch $H_2C_2O_4$ về cơ bản giống như ôxi hóa điện hóa dung dịch H_2SO_4 , nhưng tính năng màng có sự khác biệt. Màng ôxi hóa dung dịch $H_2C_2O_4$ có màu vàng nhạt, chịu ánh sáng tốt. Độ cứng, chịu mài mòn, bền chống giật của màng tốt hơn màng ôxi hóa dung dịch H_2SO_4 . Công nghệ điện hóa $H_2C_2O_4$ có điện thế cao, tỏa nhiệt lớn. Vì thế, cần nguồn điện điện thế cao và máy làm lạnh. Cho nên về mặt sử dụng bị hạn chế. Chủ yếu dùng để ôxi hóa những chi tiết đặc biệt trong lĩnh vực cơ khí, xây dựng, dụng cụ điện hoặc sản phẩm cao cấp.

(1) Công nghệ ôxi hóa điện hóa dung dịch $H_2C_2O_4$

Bảng 17 – 5. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ ôxi hóa điện hóa $H_2C_2O_4$

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>I</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>
$H_2C_2O_4$	40–50	50–70	40–50	80	1%–2%	2%–4%	3%–5%	5%–10%
CrO_3			1					
H_2CO_3				47				
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	15–18	25–30	20–30	15–20	35	20–29	25–35	30
Mật độ dòng diện (A/dm^2)	2–2,5	1–2	1,5–4,5	4–5	1–2	1–2	2–3	1–1,5
Điện thế (V)	110–120	40–60	40–60	> 40	30–35	80–120 (AC) 25–30 (DC)		
Thời gian (phút)	30–40	30–60	30–40	30–40	30–40	18–24		
Nguồn điện	Một chiều	Một chiều	Xoay chiều	Xoay chiều hoặc một chiều	Một chiều	Thay đổi một chiều, xoay chiều	Xoay chiều	Một chiều

(2) Ảnh hưởng của các điều kiện công nghệ

a) Nhiệt độ

Tốc độ hòa tan màng nhỏ hơn quá trình tạo màng, trên bề mặt điện cực hình thành lớp đệm, làm cho pH thay đổi, vì thế nhiệt độ cao hơn khi ôxi hóa trong dung dịch H_2SO_4 . Nhiệt độ không chế trong phạm vi $25–30^{\circ}\text{C}$.

b) Giá trị pH

Không chế $\text{pH} = 1,5–2,5$, tốc độ tạo màng cao.

c) Mật độ dòng điện

Ôxi hóa dung dịch $H_2C_2O_4$ tỏa nhiệt lớn, mật độ dòng điện cần tăng từ từ, tránh mật độ dòng điện tăng quá nhanh, làm cho chỗ màng mỏng dễ bị xuyên thủng.

d) Điện thế

Ảnh hưởng tương tự như mật độ dòng điện

e) Bước sóng nguồn điện

Bước sóng nguồn điện sử dụng ôxi hóa dung dịch oxalic, ảnh hưởng đến độ bóng và tính năng của màng. Nguồn điện một chiều có hiệu suất tạo màng cao, nhưng dễ sinh ra lỗ ăn mòn. Dùng dòng điện xoay chiều tránh được lỗ ăn mòn, nhưng hiệu suất tạo màng và tính năng màng giảm thấp. Vì thế, sử dụng kết hợp một chiều, xoay chiều là thích hợp.

i) Tạp chất

Trong dung dịch có ion Clo dễ sinh ra lỗ ăn mòn, cần khống chế hàm lượng dưới 0,04 g/l. Đồng thời, hàm lượng Al^{+3} không chế trong phạm vi 3 g/l, nếu không sẽ khó tạo được màng ôxi hóa.

(3) Pha chế, bổ sung và điều chỉnh dung dịch

a) Pha chế dung dịch

Cho nước khử ion vào trong 2/3 thể tích bể, gia nhiệt 70 – 80°C, sau đó cho $H_2C_2O_4$ và các hóa chất khác theo tính toán vào nước nóng, khuấy đều đến khi hòa tan hoàn toàn. Để nguội, cho nước khử ion đến thể tích quy định.

b) Bổ sung và điều chỉnh

$H_2C_2O_4$ trong quá trình điện phân dễ tiêu hao, phải kịp thời bổ sung. Có thể tính toán lượng tiêu hao theo điện lượng, tức là 0,13 – 0,14 g/Ampe giờ.

3. Ôxi hóa điện hóa dung dịch CrO_3

Ôxi hóa điện hóa dung dịch CrO_3 được màng ôxi hóa mỏng, dày 2 – 5 μm . Màng ôxi hóa mềm, đàn hồi tốt, chống giật, nhưng chịu mài mòn kém. Bề ngoài có màu tro hoặc màu tro trắng, khi nhuộm màu được lớp màng có màu sắc. Nhờm bị ăn mòn trong CrO_3 ít, sau khi ôxi hóa, dung dịch tồn đọng trong lỗ xốp, gây nên sự ăn mòn. Ôxi hóa trong dung dịch CrO_3 , dùng để ôxi hóa chi tiết chính xác, chi tiết hàn, đúc v.v. nhưng không thích hợp với nhôm hợp kim có hàm lượng đồng và Silic cao.

(1) Pha chế dung dịch ôxi hóa CrO_3

Cho nước khử ion vào trong 2/3 thể tích bể, sau đó cho CrO_3 với hàm lượng cần thiết, khuấy đều cho tan hết, cho nước khử ion đến thể tích quy định.

(2) Bảo vệ và điều chỉnh dung dịch

Tập chất ion âm trong dịch ôxi hóa làm cho màng ôxi hóa khô, ví dụ như ion Cl^{-1} , SO_4^{-2} . Hàm lượng SO_4^{-2} không chế dưới 0,5 g/l, trừ ion SO_4^{-2} bằng cách cho một ít BaCO_3 . Hàm lượng Cl^{-1} không chế dưới 0,2 g/l, nếu không hàm lượng Cl^{-1} cao, có thể phải thay thế dung dịch. Ion Cr^{+3} làm cho màng ôxi hóa mờ, tính chống gỉ kém, có thể dùng phương pháp điện phân để ôxi hóa Cr^{+3} thành Cr^{+6} , dùng anôt là chì với mật độ dòng điện $0,25 \text{ A/dm}^2$, catôt là sắt với mật độ dòng điện 10 A/dm^2 .

Trong quá trình ôxi hóa tiêu hao Cr^{+6} , vì vậy cần bổ sung, nhưng hàm lượng không cao quá 70 g/l.

(3) Chú ý khi thao tác

Ôxi hóa điện hóa dung dịch CrO_3 có hiệu suất thấp, nâng cao nhiệt độ và giảm nồng độ dung dịch, có thể nâng cao mật độ dòng điện. Nhưng nhiệt độ cao, dùng mật độ dòng điện cao quá dễ bị cháy. Dung dịch nóng độ thấp, cần phải khuấy.

4. Ôxi hóa điện hóa cứng

Ôxi hóa điện hóa cứng là công nghệ ôxi hóa có công năng đặc biệt. Những năm gần đây được dùng rộng rãi trong công nghiệp hàng không, cơ khí, điện tử, kiến trúc. Chủ yếu dùng để xử lý chi tiết như trực khuỷu, xilanh, pít tông v.v. chịu mài mòn, chịu nhiệt, cách điện v.v.

Màng ôxi hóa thu được ở nhiệt độ thấp, màng dày, độ cứng cao, độ dày màng đạt đến $200 \mu\text{m}$. Độ cứng màng ôxi hóa nhôm tinh khiết có thể đạt trên 1000 HV, nhưng độ cứng của màng ôxi hóa nhôm hợp kim rất thấp, trong khoảng $400 - 600 \text{ HV}$. đồng thời có tính năng cách nhiệt, cách điện, chịu ăn mòn tối. Độ bóng của màng khác nhau theo độ dày màng và chủng loại hợp kim. Màng ôxi hóa nhôm tinh khiết có màu vàng kim hoặc màu nâu, hợp kim nhôm có màu đen.

(1) Điều kiện tạo màng ôxi hóa điện hóa cứng

Để tạo thành màng ôxi hóa cứng gồm có 2 phần: một là nâng cao tốc độ tạo thành màng, tức là ở mật độ dòng điện nhất định làm giảm tốc độ hòa tan màng, hai là cải tạo cấu tạo màng, màng có lỗ xốp nhỏ. Để thoả mãn yêu cầu trên, có thể giảm nhiệt độ và nồng độ axít, nâng cao điện thế bể ôxi hóa. Ngoài ra, màng ôxi hóa điện hóa cứng còn quan hệ với nguyên liệu nền, dung dịch và bước sóng nguồn điện.

(2) Công nghệ ôxi hóa điện hóa cứng

Xem bảng 17 – 6 và bảng 17 – 7.

Bảng 17 – 6. Công nghệ ôxi hóa điện hóa cứng dung dịch H_2SO_4

Dung dịch ôxi hóa		Nguyên liệu	Điều kiện công nghệ					
Thành phần	Hàm lượng (g/l)		Mật độ dòng điện (A/dm ²)	Nhiệt độ (°C)	Điện thế (V)		Thời gian (phút)	
					Lúc đầu	Cuối cùng		
H_2SO_4	310–350	LY 12	3	6–11		35–45	55–80	
		LF 21	3	14–16		100–110	70–80	
		LC4, LD5	2,5	–2–5		80–85	70–75	
		LY11, LY12	3	1–2		42	80	
H_2SO_4	200–250	LY 12	2,5		24	38–42		
		LD 6	2,5	–6–7	7	33		
		LC 4	2,5	–3,8–5–	7	36	100	
		LF 4	2,5	1–2–1–	7	31	100	
		LF 21	2,5	59–15	12–16	90–120	100	
H_2SO_4	130–180	ZL10 (dùc)	2	10–15	5	100	180–240	
		ZL104 (dùc)	2	10–15	5	110	50–60	

Bảng 17 – 7. Ôxi hóa điện hóa cứng hòn hợp axit

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5	6	7
H_2SO_4							
H_2CO_4	30–50	200	20%	100–120	120	85	180–800
$H_2C_2O_4$	25–30		2%			20	15
$C_6H_5O_2$						30	15
$C_6H_5O_2$				40–50 mL	25–30		
$C_6H_5O_2$							
$C_6H_5O_2S$				180–200			
$C_6H_5(OH)_3$					25–30		
$MnSO_4$	3–5	12 mL	5%			20	
Nhiệt độ (°C)	10–20	16–18	10–15	Thường	Thường	10–30	10–20
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	3–4	3	2–25	3–5	3–5	1,5–2,5	1–2
Điện thế (V)	50–100	22–24	25–27	25–30	25–30		15–25
Thời gian (phút)	30–100	70	40	60	60	60–90	40–70
Nguyên liệu	L4 LF3 ZL	LC4	LY12 LY2			LY12	Nhôm hợp kim

(3) Những sự cố và phương pháp khắc phục ôxi hóa điện hóa cứng

Bảng 17 – 8. Những sự cố và phương pháp khắc phục điện hóa ôxi hóa cứng

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Độ dày màng không đủ	1. Thời gian ôxi hóa không đủ; 2. Mật độ dòng điện thấp; 3. Tính diện tích sản phẩm không đúng.	1. Tăng thời gian ôxi hóa; 2. Nâng cao mật độ dòng điện. 3. Tính lại diện tích.
Độ cứng màng thấp	1. Nhiệt độ dung dịch cao; 2. Mật độ dòng điện lớn; 3. Màng dày.	1. Giảm nhiệt độ dung dịch; 2. Điều chỉnh mật độ dòng điện; 3. Rút ngắn thời gian ôxi hóa.
Màng nứt hoặc kim loại nền xước	1. Hàm lượng Cu trong hợp kim cao; 2. Chi tiết tản nhiệt không tốt; 3. Tiếp xúc giá chi tiết và giá treo không tốt; 4. Tăng dòng điện nhanh khi ôxi hóa.	1. Thay thế nguyên liệu; 2. Tăng cường khuấy; 3. Điều chỉnh lại; 4. Tăng dòng điện từ từ.

(4) Yêu cầu công nghệ ôxi hóa nhôm cứng

a) Dưa tròn cạnh sắc

Để đề phòng dòng điện tập trung, làm cho chi tiết cục bộ quá nhiệt, ảnh hưởng tới bề mặt, cần phải đưa tròn cạnh sắc, bán kính không nhỏ hơn 0,5 mm, không có bavia.

b) Bề mặt bóng

Thông thường sau khi ôxi hóa cứng, độ bóng bề mặt giảm một cấp, do đó yêu cầu bề mặt nền phải bóng.

c) Chi tiết có lượng dư kích thước nhất định

Trước khi gia công chi tiết, cần căn cứ độ dày, sai số kích thước, để quyết định kích thước trước khi ôxi hóa, để phù hợp quy định.

d) Yêu cầu giá treo

Trong quá trình ôxi hóa, yêu cầu cần có dòng điện và điện áp cao. Vì thế, cần phải bảo đảm tiếp xúc tốt giữa giá treo và chi tiết, để không bị phá hủy làm tổn thương chi tiết.

e) Bảo vệ cục bộ

Trên cùng một chi tiết, cần tiến hành hai loại ôxi hóa, cần căn cứ vào độ thô và độ chính xác của chi tiết mà sắp xếp công nghệ. Những chỗ không cần ôxi hóa cần phải cách điện.

5. Ôxi hóa điện hóa màu men sứ

Ôxi hóa điện hóa màu men sứ có màu trắng không trong suốt, có cảm giác như màu men của sứ, độ cứng màng cao, tính chống giòn, cách điện tốt, dùng để bảo vệ và trang trí bề mặt đồng hồ, điện tử, chi tiết chính xác v.v.

(1) Công nghệ ôxi hóa điện hóa màu men sứ

Xem bảng 17 - 9.

Bảng 17 - 9. Công nghệ ôxi hóa màu men sứ

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3
TiO(KC ₂ O ₄)H ₂ O	35 - 45		
H ₂ C ₂ O ₄	2 - 5	5 - 12	30 - 40
H ₃ BO ₃	8 - 10	5 - 7	1 - 3
C ₆ H ₅ O ₇ H ₂ O	1 - 1,5		
CrO ₃		35 - 45	
Nhiệt độ (°C)	25 - 30	45 - 55	40 - 50
Mật độ dòng điện (A/dm ²)	2 - 3	0,6 - 1	2 - 4
Điện thế (V)	90 - 110	25 - 40	40 - 50
Thời gian (phút)	30 - 60	40 - 50	40 - 50
Nguyên liệu	Al tinh khiết	Pb hoặc Al tinh khiết	Pb hoặc Al tinh khiết
Phân vị sử dụng	Độ chính xác cao, chiều dài mòn cao	Chống giật và cách điện tốt	Bảo vệ trang sức

(2) Ảnh hưởng của các thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

a) Ti(KC₂O₄)H₂O

Làm cho màng mịn, khi hàm lượng không đủ, màng thô rời.

b) CrO₃

Ảnh hưởng đến tốc độ tạo màng, độ dẫn điện và độ bóng của màng. Không có CrO₃ chỉ có lớp màng bẩn trong suốt, cho CrO₃ mới được lớp màng màu men sứ, nếu cho nhiều màng tối.

c) H₂C₂O₄

Làm tăng tốc độ tạo màng, khi hàm lượng thấp màng mờ, khi hàm lượng cao màng thô, rời. Khi hàm lượng tăng, màu sắc màng dần dần đậm lên. Nếu quá lượng màu biến vàng.

e) Nhiệt độ

Nhiệt độ ảnh hưởng rất lớn đến quá trình ôxi hóa màu men sứ. Khi nhiệt độ trên 55°C, tốc độ tạo màng giảm, màng thô. Nhiệt độ thấp hơn 40°C, chỉ được lớp màng dạng sương.

i) Điện thế

Điện thế ảnh hưởng lớn đến tốc độ tạo màng và độ bóng. Điện áp thấp hơn 25 V lớp màng mờ, trong suốt, cao hơn 50 V màng có màu tối đen.

k) Ảnh hưởng của thời gian

Xem bảng 17 - 10.

Bảng 17 - 10. Ảnh hưởng của thời gian

Thời gian ôxi hóa (phút)	30	40 - 60	70 - 80
Độ bóng bén ngoài	Màu trắng sữa, bẩn trong suốt	Màu trắng sữa không trong suốt	Màu tối không có độ bóng

(3) Sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục

Xem bảng 17 – 11.

Bảng 17 – 11. Những sự cố thường xảy ra và phương pháp khắc phục

Sự cố	Nguyên nhân	Cách khắc phục
Màng bán trong suối	Hàm lượng CrO ₃ thấp	Bổ sung CrO ₃
Màng bán trong suối đang sương mù	Hàm lượng H ₃ BO ₃ cao, nhiệt độ dung dịch thấp	Bổ sung H ₃ BO ₃ , nâng cao nhiệt độ dung dịch
Màng trắng sữa bán trong suối	Thời gian oxi hóa ngắn	Tăng thời gian
Màng thô, màu tối	Nhiệt độ dung dịch cao, điện thế cao	Giảm nhiệt độ dung dịch, giảm điện thế
Màng oxi hóa bị ăn mòn	Nồng độ CrO ₃ cao	Giảm nồng độ CrO ₃

Bảng 17 – 12. Chế độ công nghệ nhuộm chất hữu cơ

Màu	Tên thuốc nhuộm	Hàm lượng (g/l)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)	pH
Màu đỏ	1. Alizarin đỏ R;	5 – 10	60 – 70	10 – 20	5 – 5,5
	2. Thuốc nhuộm trực tiếp (G);	2 – 5	60 – 75	5 – 10	4,5 – 5,5
	3. Thuốc nhuộm đỏ axit (B);	4 – 6	15 – 40	5 – 10	
	4. Thuốc nhuộm hoạt tính đỏ;	2 – 5	70 – 80	2 – 15	
	5 Thuốc nhuộm đỏ axit (GR).	6 – 8	Thường	2 – 15	4,5 – 5,5
Màu đen	1. Thuốc nhuộm đen (ATT);	10 – 15	Thường	2 – 10	4,5 – 5,5
	2.Thuốc nhuộm xanh đen(10B);	10	Thường	5 – 10	4,5 – 5,5
	3. Alinin đen;	5 – 10	60 – 70	15 – 30	5 – 5,5
	4. Thuốc nhuộm hoàn nguyên (NBL).	10 – 15	60 – 70	15 – 20	5 – 5,5
Xanh da trời	1. Thuốc nhuộm xanh da trời trực tiếp;	3 – 5	Thường	15 – 25	
	2. Thuốc nhuộm xanh da trời.	5	Thường	5 – 15	
Xanh lục	1. Thuốc nhuộm xanh lục trực tiếp;	3 – 5	Thường	15 – 25	4,5 – 5,5
	2. Thuốc nhuộm xanh lục axit;	5	70 – 80	15 – 20	5 – 5,5
	3. Xanh lục cùu long axit.	2 – 5	70 – 80	5 – 15	
Màu vàng kim	1. Alizarin vàng (S) và Alizarin đỏ (R);	0,3 0,5	70 – 80	1 – 3	5 – 6
	2. Thuốc nhuộm vàng chanh hoạt tính;	0,5	70 – 80	5 – 15	
	3. Thuốc nhuộm vàng (IGK).	5 – 10	Thường	5 – 10	5 – 6
	1. Thuốc nhuộm vàng (5GL)	8 – 10	70 – 80	10 – 15	6 – 7
Màu vàng	2. Alizarin (S)	2 – 3	60 – 70	10 – 20	

III. NHUỘM MÀU MÀNG ÔXI HÓA ĐIỆN HÓA

Màng ôxi hóa điện hóa có nhiều lỗ xốp, diện tích bề mặt lớn, hoạt tính hóa học cao. Vì thế, màng ôxi hóa điện hóa có thể nhuộm màu. Mục đích để nâng cao tính trang trí và chống giật bề mặt, đồng thời làm cho bề mặt nhôm có công năng nào đó. Phương pháp nhuộm màu màng ôxi hóa có ba loại: nhuộm màu nhúng, nhuộm màu điện phân và nhuộm màu đồng thời.

1. Nhuộm màu nhúng

Chi tiết sau khi ôxi hóa điện hóa nhúng vào trong dung dịch có chất nhuộm màu, lớp lỗ xốp hấp thụ các màu thuốc nhuộm. Chất nhuộm màu gồm hai loại chất vô cơ và hữu cơ. Do màu tồn tại trên bề mặt lỗ xốp, vì thế nâng cao tính trang trí và bền chống giật.

(1) Nguyên lý nhuộm màu nhúng

Do tác dụng hấp phụ vật lý và hóa học của màng ôxi hóa ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) với chất màu, làm cho lỗ xốp hấp thụ màu, gọi là nhuộm màu. Nhuộm màu muối vô cơ dùng hợp chất ôxi hóa kim loại hoặc muối kim loại, chúng kết tủa trong các lỗ xốp mà hiện lên màu.

(2) Chất nhuộm màu hữu cơ

Chất nhuộm màu hữu cơ thường dùng là những chất nhuộm màu hoạt tính và trực tiếp, xem bảng 17 – 12.

(3) Bảo vệ dung dịch

Chi tiết sau khi ôxi hóa xong, nhuộm màu cần phải rửa nước lạnh, không dùng nước nóng rửa, không được sờ tay vào. Để chất nhuộm màu bám chắc, có thể chỉ trung hòa trong NH_4OH 1 – 2, loại bỏ dung dịch axit trong lỗ xốp màng, sau đó rửa sạch. Khi nhuộm màu, không để chi tiết va chạm hoặc đính vào nhau và có thể nhuộm lại trong dung dịch nhuộm. Khi nhuộm màu xong, cần phải lập tức bịt lỗ và sấy, để tránh bề mặt có vết hoa, màu sắc không đẹp. Nếu như sau khi ôxi hóa xong, để thời gian dài, trước khi nhuộm cần phải nhúng trong dung dịch CH_3COOH 10%, nhiệt độ thường, thời gian 10 phút hoặc trong HNO_3 , khoảng trong vài giây, để nâng cao tính nhuộm màu của màng.

(4) Nhuộm màu chất vô cơ

Nhuộm màu chất vô cơ thường dùng phương pháp nhúng hai lần. Nhúng lần một để cho các thành phần thuốc nhuộm khuỷch tán vào các lỗ xốp. Khi nhúng lần thứ hai, sinh ra phản ứng hóa học giữa dung dịch trong lỗ với dung dịch nhúng lần hai, tạo thành chất màu không hòa tan, điện dây lỗ xốp và hiện màu. Cũng có khi nhúng nhiều lần để có màu đậm. Sau khi nhuộm cần sấy khô. Công nghệ này dùng để nhuộm màu nhôm hợp kim, yêu cầu chịu ánh sáng. Công nghệ nhuộm xem bảng 17 – 13.

Bảng 17 – 13. Công nghệ nhuộm màu vỏ cơ

Màu	Thành phần dung dịch	Hàm lượng (g/l)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)	Màu nguyên tố
Màu đỏ đậm	K ₂ CrO ₄ AgNO ₃	5 – 10 50 – 100	Thường	10 – 15 10 – 15	Ag, NO
Màu đỏ	Co(CH ₃ COO) ₂ K ₃ Fe(CN) ₆	50 – 100 10 – 50	Thường	10 – 15 10 – 15	Co(Fe(CN) ₆) ₂
Màu nâu đỏ	CuSO ₄ ·5H ₂ O K ₃ Fe(CN) ₆	10 – 100 10 – 15	Thường 60 – 70	10 – 15 5 – 10	
Vàng kim	Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O KMnO ₄	10 – 50 10 – 15	Thường 60 – 70	10 – 15 5 – 10	
Màu vàng	K ₂ CrO ₄ Pb(CH ₃ COO) ₂	50 – 100 100 – 200	Thường 60 – 70	10 – 15 10 – 15	PbCrO ₄
Vàng chanh	AgNO ₃ K ₂ Cr ₂ O ₇	50 – 100 5 – 10	60 – 70 60 – 70	5 – 10 10 – 15	Ag, Cr ₂ O ₇
Xanh lục	CuSO ₄ ·5H ₂ O K ₃ Fe(CN) ₆	10 – 100 10 – 50	Thường	10 – 15 10 – 15	
Xanh da trời	K ₄ Fe(CN) ₆ FeCl ₃	10 – 50 10 – 100	Thường	10 – 15 5	
Màu đen	Co(CH ₃ COO) ₂ Na ₂ S	50 – 100 50 – 100	60 – 70	10 – 15 20 – 30	
Màu trắng	Pb(CH ₃ COO) ₂ Na ₂ SO ₄	30 – 50 10 – 50	60 – 70	10 – 15 30 – 35	
	BaSO ₄ NaSO ₄	10 – 15 10 – 50	60 – 70	10 – 15 30 – 35	

2. Nhuộm màu điện phân

Sau khi ôxi hóa, tiến hành điện phân trong dịch muối, trong lõi xốp kết tủa kim loại hoặc hợp chất kim loại, hiện màu. Màu sắc bê ngoài phụ thuộc vào kim loại khác nhau thì khác nhau. Khi thay đổi chủng loại muối kim loại, điều chỉnh bước sóng nguồn điện và thời gian điện phân, có thể được các màu sắc khác nhau. Trang trí vật liệu nhôm kiến trúc, chịu ánh sáng, chịu khí hậu, chịu mài mòn tốt, thường dùng phương pháp nhuộm màu này.

(1) Nguyên lý nhuộm màu điện phân

Màng ôxi hóa điện phân có đặc tính dẫn điện đơn pha. Khi tiến hành điện phân, dung dịch có ion kim loại, màng ôxi hóa có tác dụng chính lưu. Khi nhôm là anôt, bê mặt tạo thành màng ôxi hóa như ôxi hóa anôt thông thường, khi nhôm là catôt, màng ôxi hóa tương đương với vật dẫn điện điện tử, phản ứng ôxi hóa dừng lại, phản ứng khử ion kim loại được tiến hành, kết quả kim loại được kết tủa trong lõi xốp. Màu sắc khi nhuộm màu điện phân có quan hệ với chủng loại và lượng kết tủa của kim loại, ngoài ra còn quan hệ với độ lớn, hình thái, sự phân bố của hạt kim loại, xem bảng 17 – 15.

Bảng 17 – 15. Kết tủa kim loại ảnh hưởng tới màu sắc màng ôxi hóa

Muối kim loại	Màu sắc
Muối nikén (coban)	Hệ màu đồng thiếc
Muối thiếc	Hệ màu tím nâu
Muối đồng	Hệ màu mận chín
Muối chì (cadimi, kẽm)	Màu nước chè
Muối vàng	Màu tím đà
Muối bạc	Màu xanh lục

(2) Công nghệ nhuộm màu điện phân xoay chiều

Công nghệ nhuộm màu điện phân xoay chiều xem bảng 17 – 16.

Bảng 17 – 16. Công nghệ nhuộm màu điện phân xoay chiều

Kết tủa kim loại	Thành phần dung dịch	Hàm lượng (g/l)	Nhiệt độ (°C)	Điện thế (V)	Thời gian (phút)	Màu sắc
Ni	ISO ₄ 7H ₂ O H ₃ BO ₃ (NH ₄) ₂ SO ₄	20 30 15	20 – 40	15	2 – 15	Màu đồng thiếc nhạt, màu đồng thiếc màu đen
Sn	H ₂ SO ₄ SnSO ₄ (NH ₄) ₂ SO ₄ Methyl Phenol Sulfur axit	10 5 50 10	Thường	15	10	Màu oliu
Cu	H ₂ SO ₄ CuSO ₄	100 30	20 – 30	10 – 15	12 – 15	Màu đỏ, màu nâu → màu đen
Ag	H ₂ SO ₄ AgNO ₃	5 – 15 0.4 – 15	Thường	8 – 20	1 – 5	Màu vàng lục, màu vàng kim
Se	Na ₂ SeO ₃ H ₂ SO ₄	50 10	20 – 30	8 – 12	8	Màu vàng kim
Mn	H ₂ SO ₄ KMnO ₄	20 20	20 – 30	8 – 12	3 – 5	Màu hạt cải
Ni – Sn	H ₂ SO ₄ SnSO ₄ NiSO ₄ 7H ₂ O H ₃ BO ₃	15 – 20 3 – 5 25 – 30 30 – 35				Màu đồng → màu đồng thiếc. Màu đồng thiếc → màu đồng thiếc đậm. Màu cà phê → màu đồng cỏ → màu nâu đen

(3) Những nhân tố ảnh hưởng đến chất lượng nhuộm màu

a) Muối kim loại

Muối kim loại là nguồn tạo màu. Nồng độ thấp, khó nhuộm màu, nồng độ cao, dễ nhuộm màu. Nồng độ muối kim loại không chế ở nồng độ trung bình. Muối kim loại thường dùng là hỗn hợp muối thiếc và muối nikén hoặc hỗn hợp của chúng. Nồng độ muối nikén trong khoảng 0,1 – 0,15 mol/l, nồng độ muối thiếc trong khoảng 0,02 – 0,03 mol/l.

b) H_2SO_4

H_2SO_4 là chất dẫn điện và chống thuỷ phân của muối, không chế hàm lượng trong khoảng 15 – 20 g/l.

c) H_3BO_3

H_3BO_3 có tác dụng đệm và điều chỉnh pH trong dung dịch muối kẽm, không chế hàm lượng trong khoảng 30 – 35 g/l.

d) Methyl phenol sunfoaxit

Methyl sunfoaxit là chất ổn định của dung dịch muối thiếc, kiềm chế Sn^{+2} chuyển thành Sn^{+4} , làm màu sắc biến vàng.

e) pH

pH thấp, màng ôxi hóa dễ bị ăn mòn, nhuộm không được màu, nếu cao quá làm muối bị thủy phân không nhuộm được màu.

i) Nhiệt độ

Nhiệt độ thấp, tốc độ nhuộm màu chậm, màu nhạt, nhiệt độ cao hơn 40°C, tốc độ nhuộm màu nhanh, màng thô, màu không đồng đều. Vì vậy, nên không chế nhiệt độ trong khoảng 20 – 35°C.

k) Điện thế

Khi các điều kiện khác không thay đổi, nâng cao điện thế, tốc độ nhuộm màu nhanh, màu đậm.

n) Thời gian

Thời gian bị ảnh hưởng giống như điều kiện điện thế.

(4) Pha chế dung dịch

Cho nước vào trong 2/3 thể tích bể, sau đó cho dần dần H_2SO_4 , rồi cho các hóa chất khác, sau khi điện phân mới cho $SnSO_4$, khuấy đều để hòa tan hết, cho nước đến mức quy định. Khi sử dụng, cần phai lọc. Nếu có H_3BO_3 , phải hòa tan hết H_3BO_3 , sau đó mới cho vào.

(5) Bảo vệ công nghệ

- Độ dày màng ôxi hóa nhuộm màu ít nhất phải trên 8 μm . Đối với nhôm thông thường, độ dày màng ôxi hóa trên 10 μm .
- Sản phẩm sau khi ôxi hóa điện hóa, rửa xong phải lập tức nhuộm màu, để thời gian 1 – 2 phút khi không có điện, sau đó nâng cao dần điện áp đến quy định. Sau khi nhuộm màu xong, ngắt điện lấy ra, sau khi rửa bít lỗ trong nước nóng, thời gian 20 – 30 phút.

– Giá treo ôxi hóa, nhuộm màu phải giống như nguyên liệu sản phẩm, cách điện những phần không cần dẫn điện. Không được dùng titan làm giá treo, nếu không nhuộm màu rất khó. Sản phẩm và giá treo phải tiếp xúc tốt.

– Nguyên liệu catot là cacbon grafit, cũng có thể dùng thép không gỉ và titan. Thông thường điện tích catot và sản phẩm là 1/2 . 1, 1 : 1, 1 : 2. Dùng dạng ống hoặc thanh thì phân bố đồng đều.

– Ván đế nhuộm màu điện phân là nhuộm màu không đồng đều và dung dịch biến màu. Nguyên nhân nhuộm màu không đều có nhiều, như nguyên liệu, trạng thái bề mặt, phương thức treo giá, độ dày màng không đồng đều và rửa sản phẩm v.v. Khi ván đế xảy ra, phải kiểm tra thực tế. Nguyên nhân gây nên sự phân hủy dung dịch là sự thủy phân của muối, cho lượng thích hợp một số chất ổn định, có thể giải quyết được.

3. Nhuộm màu đồng thời

(1) Nhuộm màu nhôm hợp kim đặc biệt

Nhôm hợp kim đặc biệt, trong dung dịch đặc biệt, có thể nhuộm màu đồng thời với màng ôxi hóa, xem bảng 17 – 17.

Bảng 17 – 17. Nhuộm màu nhôm hợp kim đặc biệt

<i>Nguyên liệu</i>	<i>Màng ôxi hóa điện hóa dung dịch H_2SO_4</i>	<i>Màng ôxi hóa điện hóa dung dịch $H_2C_2O_4$</i>
Al – Si	Màu tro – màu đen	Màu tro đen hoặc màu đen
Al – Cr	Màu vàng	Màu xanh da trời
Al – Mg	Màu trong suốt	Màu vàng nhạt
Al – Mn	Màu tro hoặc màu vàng	Màu vàng
Al – Cu	Màu tro đỏ	Màu tro đỏ

(2) Công nghệ nhuộm màu dung dịch đặc biệt

Xem bảng 17 – 18.

Bảng 17 - 18. Công nghệ nhuộm màu dung dịch đặc biệt

<i>Dung dịch</i>		<i>Điều kiện điện phân</i>			<i>Màu sắc</i>
<i>Thành phần dung dịch</i>	<i>Hàm lượng (g/l)</i>	<i>Nhiệt độ (°C)</i>	<i>Điện áp (V)</i>	<i>Đồng điện (A/dm²)</i>	
$C_6H_5O_2S2H_2O$ H_2SO_4	70 – 150 3 – 40	22 – 25	40 – 70	2 – 3	Màu vàng kim, màu đồng thiếc, màu tro đậm → màu đen
$C_6H_5O_2$ $H_2C_2O_4$ H_2SO_4	100 – 300 10 – 30 3	15 – 25		1,5 – 3	Màu bạc tối, màu nâu → màu đen

IV. BIT LỖ MÀNG ÔXI HÓA ĐIỆN HÓA

Bề mặt nhôm sau khi ôxi hóa điện hóa có nhiều lỗ xốp, so với diện tích bề mặt có diện tích lớn, hoạt tính hóa học cao. Vì thế, cần phải tiến hành xử lý bit lỗ, để đề phòng lỗ xốp hấp thụ các chất bẩn, chất màu, sau khi nhuộm mực tác dụng. Phương pháp bit lỗ xem bảng 17 – 19.

Bảng 17 – 19. Phương pháp xử lý bit lỗ màng ôxi hóa điện hóa thường dùng

<i>Thành phần dung dịch (g/l), chế độ công nghệ</i>	<i>Hơi nước</i>	<i>Nước sôi</i>	<i>Muối nikén</i>	<i>Muối crômato</i>	<i>Muối silicat</i>
Nước Ni(CH ₃ COO) ₂ Co(CH ₃ COO) ₂ H ₃ BO ₃ K ₂ Cr ₂ O ₇ Na ₂ CO ₃ Na ₂ SiO ₃	Hơi nước	Nước cất	5 – 5,8 1 8 – 8,4		
pH Nhiệt độ (°C)		5,5 – 6,5 90 – 100	5 – 6 70 – 90	6,5 – 7,5 90 – 95	8 – 9 90 – 100
Thời gian (phút)	15 – 30	15 – 30	15 – 20	2 – 10	20 – 30
Đặc điểm	Chống giật tốt	Xử lý Al loại lớn	Chất nhuộm hữu cơ bám chắc tốt	Dùng cho nhôm hợp kim đồng, có màu vàng	Chịu kiềm tốt

1. Bit lỗ nước sôi

Al₂O₃ tác dụng với nước nhiệt độ cao, sinh thành Al₂O₃ · H₂O, thể tích màng ôxi hóa nở ra, bit lỗ xốp.

Nước bit lỗ xốp cần dùng nước khử ion, để tránh tạp chất vi lượng, kiềm chè phèn ứng với nước, dẫn đến bit lỗ không có hiệu quả hoặc làm giảm độ trong suối của màng. Những tạp chất có hại là F⁻, Cl⁻, SO₄⁻², PO₄⁻³ v.v. Ngoài ra, cần phải không chế chế độ pH, pH nâng cao làm tăng tốc độ phản ứng, nhưng nếu cao quá, sẽ gây kẽm tủa hydroxit trên bề mặt màng, nhưng nếu pH thấp, tốc độ phản ứng thủy phân chậm. Thông thường, không chế pH trong phạm vi pH = 5,5 – 6,5.

2. Bit lỗ bằng hơi nước

Nguyên lý cũng giống như bit lỗ bằng nước sôi, nhưng cần không chế áp suất và nhiệt độ. Nhiệt độ cao, độ cứng và chịu mài mòn màng ôxi hóa giảm. Không chế áp suất: P = (1 – 3) × 10⁵Pa, nhiệt độ hơi nước 100 – 110°C. Bit lỗ bằng hơi nước giữ thành cao.

3. Bit lỗ muối vô cơ

Muối vô cơ có tác dụng gây phản ứng thuỷ phân với màng ôxi hóa, hình thành hợp chất hydroxit hoặc kim loại dien đầy lỗ xốp có tác dụng bit lỗ.

4. Bịt lỗ nhiệt độ thường

Bịt lỗ nhiệt độ thường là phương pháp bịt lỗ được dùng rộng rãi trong thời gian gần đây. Do tiến hành ở nhiệt độ thấp, cần phải có sự trợ giúp của chất xúc tiến. Sử dụng phương pháp này, thao tác đơn giản, được màng ôxi hóa độ cứng cao. Khuyết điểm của phương pháp này là cần tiến hành xử lý lão hóa, dung dịch có ion F^{-1} , xử lý nước thải khó khăn.

Chất bịt lỗ thường dùng là hệ Ni – F và hệ Ni – Co – F, căn cứ vào yêu cầu khác nhau mà cho thêm các chất phụ gia khác nhau, như chất tạo phức, chất làm đậm, chất hoạt động bề mặt v.v. Ảnh hưởng các nhân tố khi bịt lỗ ở nhiệt độ thường, gồm các nhân tố sau:

(1) Ion Ni^{+2} và F^{-1}

Ion Ni^{+2} là chất bịt lỗ, F^{-1} là chất xúc tiến. Hiệu quả bịt lỗ phụ thuộc vào hàm lượng ion Ni^{+2} , hàm lượng lớn hơn 7mg/dm², hiệu quả bịt lỗ tốt, trong sản xuất phải bổ sung F^{-1} .

(2) pH

$pH < 5,5$, phản ứng thủy phân bị kiểm chế, hiệu quả bịt lỗ kém. $pH > 6,5$ ion kim loại chuyển thành hợp chất hydroxit kim loại, làm tổn thất hiệu quả bịt lỗ, pH không chế trong phạm vi 5,8 – 6,2.

(3) Nhiệt độ bịt lỗ

Tốc độ bịt lỗ thay đổi theo nhiệt độ, nhiệt độ cao, tốc độ bịt lỗ cao. Nhiệt độ thấp hơn 20°C, tốc độ bịt lỗ chậm, nhiệt độ cao hơn 40°C, dễ hòa tan. Nhiệt độ tối đa trong khoảng 30 – 35°C.

(4) Tạp chất

Trong dung dịch thường có dạng kết tủa, chủ yếu là hợp chất của nhôm, không ảnh hưởng đến chất lượng bịt lỗ, có thể loại bỏ bằng phương pháp lọc. Nếu dung dịch có ion F^{-1} , Cl^{-1} , SO_4^{-2} , PO_4^{-3} v.v. hàm lượng quá cao không thể bịt lỗ được.

Chương 18

ÔXI HÓA SẮT THÉP

Ôxi hóa sắt thép còn gọi là nhuộm đen, sau khi ôxi hóa bê mặt hình thành lớp Fe_2O_3 , độ dày màng 0,6 – 1,5 μm . Màu sắc màng ôxi hóa thay đổi theo thành phần của thép. Thông thường có màu xanh đen hoặc đen. Khi hàm lượng Silic cao có màu nâu đen hoặc màu đen.

Màng ôxi hóa sắt thép rất mỏng, tính chống giật của màng kém, không ảnh hưởng rõ rệt đến kích thước chi tiết. Vì thế, ôxi hóa sắt thép, dùng để chống giật cầu không cao hoặc xử lý bê mặt sắt thép có yêu cầu đặc biệt. Phương pháp ôxi hóa sắt thép gồm hai phương pháp: phương pháp ôxi hóa tinh kiềm và phương pháp ôxi hóa tinh axit. Trong công nghiệp thường dùng phương pháp ôxi hóa tinh kiềm.

I. PHƯƠNG PHÁP ÔXI HÓA TÍNH KIỀM

1. Nguyên lý hình thành màng ôxi hóa

Phương pháp ôxi hóa tinh kiềm thực hiện ở nhiệt độ cao, thông thường nhiệt độ trên 100°C. Trong dung dịch tinh kiềm, chất ôxi hóa trong dung dịch phản ứng với sắt, sinh thành Na_2FeO_2 và $\text{Na}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$, sau đó sinh thành sắt ôxit từ tính.

Khi màng ôxi hóa che phủ bê mặt kim loại, tốc độ hòa tan của sắt và tốc độ tạo thành màng giảm đi, đến khi dừng phản ứng. Fe_2O_4 thuỷ phân sinh thành nước và Fe_2O_3 , sắt ôxit có nước ở nhiệt độ cao mất nước kết tinh. Sắt ôxit còn ít nước kết tinh trong dung dịch kiềm đặc có độ hòa tan rất nhỏ, dễ sinh thành kết tủa màu đỏ trên bê mặt sắt thép hoặc trong dung dịch, ảnh hưởng chất lượng màng ôxi hóa. Khi gấp trường hợp này có thể loại bỏ bằng phương pháp ôxi hóa lần hai. Tiến hành ôxi hóa lần một trong dung dịch NaOH nồng độ thấp, để hình thành hạt nhân kết tinh màng ôxi hóa, được lớp màng ôxi hóa mỏng, mịn, khi ôxi hóa lần thứ hai, xử lý trong dung dịch NaOH nồng độ cao, được lớp màng ôxi hóa dày, loại bỏ kết tủa màu đỏ trên bê mặt.

2. Công nghệ ôxi hóa sắt thép tinh kiềm

Công nghệ ôxi hóa sắt thép tinh kiềm, xem bảng 18 – 1.

Bang 18 – 1. Công nghệ ôxi hóa sắt thép tinh kiém

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	Ôxi hóa một lần				Ôxi hóa hai lần			
	I		II		I		II	
	Be 1	Be 2	Be 1	Be 2				
NaOH	500 – 650	600 – 700	600 – 700	650 – 700	500 – 600	700 – 800	550 – 650	600 – 700
NaNO ₃	150 – 250	180 – 220	150 – 200	200 – 220	100 – 150	150 – 200		
NaNO ₂					50 – 70			
MnO ₂					20 – 25			
K ₂ Cr ₂ O ₇				25 – 30				
Nhiệt độ (°C)	135 – 145	138 – 150	130 – 135	135 – 145	135 – 140	145 – 152	135 – 145	140 – 150
Thời gian (phút)	Thép cacbon	15 – 45	30 – 50		20 – 30			
	Thép hợp kim			15		10 – 20	45 – 60	15 – 20
								20 – 30

3. Ảnh hưởng của các thành phần dung dịch và chế độ công nghệ

(1) NaOH

Nâng cao nồng độ NaOH, độ dày màng ôxi hóa tăng lên, nhưng màng thô, rời, nhiều lỗ xốp, có khi không được lớp màng ôxi hóa. Nồng độ NaOH thấp, màng ôxi hóa mỏng, bề mặt có hoa.

(2) Chất ôxi hóa

NaNO₃ là chất ôxi hóa dùng nhiều nhất, có màng ôxi hóa màu xanh đen, độ bóng tốt. Nhưng nồng độ NaNO₃ cao, không được màng ôxi hóa dày, nhưng có thể làm tăng tốc độ ôxi hóa, màng ôxi hóa mỏng, kín khít, nồng độ thấp, màng ôxi hóa dày, thô.

(3) Fe⁺³

Trong dung dịch cần có lượng nhất định Fe⁺³ mới có thể thu được lớp màng ôxi hóa mịn, bám chắc, nhưng hàm lượng cao, tốc độ ôxi hóa giảm, bề mặt dễ sinh thành vết tro. Hàm lượng Fe⁺³ không chế trong phạm vi 0,5 – 2 g/l. Trong thực tế sản xuất nếu Fe⁺³ quá lượng, pha loãng bằng nước, điểm sôi của dung dịch vào khoảng 120°C sau khi sôi, để yên loại bỏ kết tủa già nhiệt dung dịch đến điểm sôi quy định, có thể sản xuất được.

(4) Nhiệt độ

Điểm sôi của dung dịch tăng cao theo nồng độ NaOH. Nhiệt độ cao, tốc độ ôxi hóa nhanh, lớp màng ôxi hóa mỏng, mịn. Nhưng nhiệt độ quá cao, tốc độ hòa tan màng nhanh, tạo màng chậm, màng thô. Trong thực tế sản xuất tốt nhất xử lý ở nhiệt độ thấp một thời gian, lấy ra rửa kết tủa lại nâng cao nhiệt độ.

(5) Thời gian ôxi hóa

Thời gian ôxi hóa có quan hệ với nguyên liệu. Chi tiết có hàm lượng cacbon cao dễ ôxi hóa, thời gian ôxi hóa rút ngắn. Chi tiết hàm lượng cacbon thấp, khi ôxi hóa, thời gian ôxi hóa tăng lên.

4. Những chú ý khi sử dụng dung dịch ôxi hóa

(1) Đinh kỳ phân tích và điều chỉnh nồng độ dung dịch. Điểm sôi dung dịch cao biếu thị nồng độ NaOH cao, cần phải làm loãng. Ngược lại, cho thêm NaOH, bổ sung hàm lượng NaOH được tính toán theo $10 - 15 \text{ gam}/^{\circ}\text{C}$ (Nâng cao 1°C bổ sung thêm $10 - 15 \text{ gam}$).

(2) Trong quá trình sử dụng cần định kỳ loại bỏ két túa. Phương pháp loại bỏ. Khi nhiệt độ dung dịch thấp hơn 100°C , cho glicerin $5 - 10 \text{ ml/l}$, gia nhiệt dung dịch đến nhiệt độ quy định, két túa sẽ nổi lên bê mặt dung dịch, lấy đi. Trong quá trình sử dụng, nếu chì tiết rơi vào bể phải lây ra để tránh nồng độ Fe^{+2} cao.

(3) Lớp màng ôxi hóa có lân màu đỏ nâu, phần lớn hình thành khi ôxi hóa lúc đầu, vì vậy cần kiểm tra lúc đầu khi ôxi hóa có hiện tượng này không, nếu có thì chải đi bằng bàn chải lông hoặc nhúng chì tiết vào dung dịch CrO_3 : $150 - 200 \text{ g/l}$ và H_2SO_4 : $10 - 15 \text{ g/l}$, ngâm $1 - 2$ phút, sau đó nhuộm lại.

5. Xử lý sau khi ôxi hóa

Để nâng cao tính chống gỉ của màng, sau khi ôxi hóa cần tiến hành xà phòng hóa hoặc xử lý điện đầy. Chế độ công nghệ xem bảng 18 - 2.

Bảng 18 - 2. Công nghệ xử lý sau khi ôxi hóa sắt thép

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	Xử lý điện đầy		Xử lý xà phòng hóa
	1	2	
$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	50 - 80		
CrO_3		2	
H_3PO_4		1	
Xà phòng			30 - 50
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	79 - 90	60 - 70	80 - 100
Thời gian (phút)		0,5 - 1	5 - 10

Sau khi xử lý để nâng cao tính chống gỉ có thể nhúng dầu máy nhiệt độ $105 - 110^{\circ}\text{C}$, thời gian $5 - 10$ phút.

II. PHƯƠNG PHÁP ÔXI HÓA AXIT

Ôxi hóa tính axit, có thể tiết kiệm năng lượng, hiệu suất cao, môi trường ít ô nhiễm, nhưng độ bám chắc của màng không tốt, chống gỉ kém. Trước khi ôxi hóa cần phải tẩy dầu già sạch.

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ ôxi hóa tính axit

Xem bảng 18 - 3.

Bảng 18 – 3. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ ôxi hóa tinh axit

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>
Cu(NO ₃) ₂	1 – 3	
CuSO ₄ ·5H ₂ O		4
NiSO ₄ ·6H ₂ O		1
H ₂ ScO ₃	3 – 5	4
H ₃ BO ₃		4
HNO ₃ (ml/l)	30 – 40	
1 – 4 Dioxxybenzol	2 – 4	
Zn(H ₂ PO ₄) ₂		2
pH	1 – 3	2,5 – 3,5
Nhiệt độ (°C)	Thường	Thường
Thời gian (phút)	3 – 6	10 – 60 giây

2. Công nghệ ôxi hóa tinh axit

(1) Xử lý trước

Xử lý trước khi ôxi hóa bao gồm tẩy gi và tẩy dầu. Tẩy gi dùng HCl 1:1, nếu gi nghiêm trọng tẩy bằng axit mạnh.

(2) Ôxi hóa ở nhiệt độ thường

Tốc độ ôxi hóa có quan hệ với nguyên liệu, nếu như thép đúc tốc độ ôxi hóa nhanh nhất, thép cacbon thấp và trung bình, tốc độ ôxi hóa giảm đi.

Thép hợp kim, tốc độ ôxi hóa chậm nhất. Thông thường dùng nồng độ chất ôxi hóa để không chế tốc độ, ôxi hóa thép đúc dùng dung dịch pha loãng 1 : 10, thép cacbon thấp và trung bình dùng dung dịch 1 : 5, thép hợp kim dùng dung dịch 1 : 4.

(3) Xử lý sau khi ôxi hóa

Chi tiết sau khi ôxi hóa cần phải rửa sạch, tiến hành bít lỗ bằng nước sôi. Trước tiên ngâm vào nước xà phòng 1%, thời gian 2 phút sau đó nhúng dầu.

3. Công nghệ ôxi hóa khác

Xem bảng 18 – 4.

Bảng 18 - 4. Công nghệ ôxi hóa khác

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>Phương pháp</i> $NaOH - K_4Fe(CN)_6$	<i>Phương pháp nhiệt độ thường</i>	<i>Phương pháp không kiềm</i>
NaOH	800 – 900		
NaNO ₃	80 – 90		
K ₄ Fe(CN) ₆	30 – 80		
Na ₂ S ₂ O ₃		50 – 70	
NH ₄ Cl		4 – 7	
HNO ₃		7 – 10	
H ₃ PO ₄		5 – 8	10 – 18
Ba(NO ₃) ₂			70 – 100
MnO ₂			10 – 20
xMn(H ₂ PO ₄) ₂ yFe(H ₂ PO ₄) ₂			30 – 40
Nhiệt độ (°C)	Vào bể: 140 – 144	15 – 30	90 – 100
	Ra bể: 150		
Thời gian (phút)	80 – 90	30 – 60	40 – 50
Đặc điểm	Màu sắc đẹp, lượng tiêu hao K ₄ Fe(CN) ₆ lớn, giá thành cao	Tính bảo vệ tốt. Dung dịch không ổn định	Màng mịn, chống gỉ tốt, màu đen hoặc màu tro.

Chương 19

NHUỘM MÀU ĐỒNG VÀ HỢP KIM ĐỒNG

Đồng và hợp kim đồng qua xử lý hóa học và điện hóa được màng có màu, màu sắc của màng quyết định bởi thành phần và độ dày của màng. Nhuộm màu đồng và hợp kim đồng có các màu cơ bản như đỏ, vàng, xanh da trời, xanh lục, đen v.v. nồng độ các màu đậm nhạt khác nhau, màu sắc phong phú. Công nghệ này chủ yếu dùng để xử lý bề mặt sản phẩm mỹ thuật trang trí. Phương pháp nhuộm màu đồng và hợp kim đồng có nhiều, chủ yếu là phương pháp hóa học, phương pháp điện phân, phương pháp nhiệt luyện. Phương pháp hóa học được dùng nhiều nhất.

I. XỬ LÝ TRƯỚC KHI NHUỘM MÀU

Công nghệ nhuộm màu đồng và hợp kim đồng như sau:

Tẩy dầu → Rửa nước → Tẩy axit → Rửa nước → Hoá hóa → Rửa nước → Nhuộm màu → Rửa nước → Rửa nước nóng sấy khô → Thụ động hoặc sơn.

1. Tẩy dầu

Cân cứ vào chủng loại dầu và số lượng của chúng mà chọn dung dịch và phương pháp tẩy dầu. Nhưng có một số chi tiết đồng, khi quét lên chất biến màu không tẩy sạch trong kiểm, vì vậy có khi phải dùng phương pháp cơ khí để tẩy đi.

2. Tẩy axit

Tẩy axit để tẩy sạch lớp ôxit đồng trên bề mặt đồng, nếu không nhuộm màu không đều. Mang ôxit mỏng hoặc màng ôxit tái sinh trong quá trình xử lý có thể tẩy trong dung dịch H_2SO_4 5%. Thông thường nếu là đồng tinh khiết dùng dung dịch hỗn hợp CrO_3 và H_2SO_4 để tẩy, đồng hợp kim tẩy trong $FeCl_3$. Khi thao tác cần chú ý, sau khi tẩy axit phải rửa sạch ngay.

II. CÔNG NGHỆ NHUỘM MÀU

1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ nhuộm màu hóa học

Xem bảng 19 - 1 và 19 - 2.

2. Nhuộm màu điện phân

Đồng và hợp kim đồng có thể nhuộm màu điện phân anôt. Bởi vì thành phần chủ yếu của màng là đồng ôxit, vì thế màng dần dần biến đen, nếu cho một ít $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, màu đen tăng lên. Thành phần và chế độ công nghệ xem bảng 19 – 3.

Bảng 19 – 1. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ nhuộm màu hóa học đồng

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	1	2	3	4	5	6	7	8
K_2S	5 – 12,5							
KClO_3							10	25
$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$		10 – 15						
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$					120			
$\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$			40 – 60	70 – 100				
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$							30	25
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$						32		
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$								25
$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$					40			
CaCl_2						32		
NH_4Cl	20 – 200					32		
$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$		18 – 25		15 – 30				
NaOH		40 – 60						
NH_4OH (ml/l)			200 – 250	140 – 180				
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	Thường	100	Thường	Thường	60 – 70	100	80	80 – 100
Thời gian (phút)	Vài phút	Vài phút	5 – 15	8 – 15		Vài phút	Vài phút	2 – 3
Màu sắc màng	Đen	Đen	Đồng cỏ	Đồng cỏ	tím → xanh → đen	Xanh	Nâu	Nâu

Bảng 19 – 2. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ nhuộm màu hóa học hợp kim đồng

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>
KMnO ₄							7,5	
Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O					50	50 – 60		
CuCO ₃ ·Cu(OH) ₂ ·H ₂ O			50 – 60	200 – 210			80	
CuSO ₄ ·5H ₂ O								50
Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O	400							
(NH ₄) ₂ SO ₄		30						
(NH ₄) ₂ SO ₄ ·NiSO ₄ ·6H ₂ O					50			
NaCl			50 – 60	200 – 210			16	
Pb(CH ₃ COO) ₂ ·3H ₂ O		30						
CH ₃ COOH		30		50 – 53				
C ₄ H ₆ O ₆						20 – 30		
NaOH						30		
NH ₃ OH (ml/l)	350			50 – 53				25
Nhiệt độ (°C)	80	Thường	50 – 70	Thường	65	45 – 60	85	60 – 75
Thời gian (phút)	Vài phút	Vài phút	Vài phút		Vài phút	1,5 – 6	3	Vài phút
Màu sắc	Đen	Đồng cõi	Đồng cõi	Đồng xanh lục	Xanh ô liu	Xanh da trời		

Bảng 19 – 3. Thành phần và chế độ công nghệ nhuộm màu điện phân đồng và hợp kim đồng

<i>Thành phần (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
NaOH	150 – 200	400	80 – 120
(NH ₄) _n Mo ₇ O ₂₄ ·4H ₂ O	5 – 15	50	
K ₂ Cr ₂ O ₇ ·2H ₂ O			60 – 120
Na ₂ C ₆ H ₅ O ₂ ·2H ₂ O			30 – 60
C ₃ H ₆ O ₃ (ml/l)			80 – 140
pH			> 12
Nhiệt độ (°C)	80 – 90 (đồng) 60 – 70 (đồng kẽm)	60	Thường
Thời gian (phút)	10 – 30	15	0,05 – 0,35
Màu sắc	Đen	Đen	Tím đỏ → Vàng nhạt → Vàng kim → Nâu vàng → Đỏ → Xanh lục
Hợp kim	Đồng, đồng kẽm	Đồng thiếc	Đồng

Chương 20

PHÔTPHAT HÓA SẮT THÉP

Phôtphat hoá sắt thép, tiến hành xử lý sắt thép trong dung dịch có muối ion kim loại kiềm tính hoặc có ion Zn^{+2} , Mn^{+2} , Ca^{+2} , Fe^{+2} , trên bề mặt hình thành màng muối ổn định, không hòa tan trong nước. Màng phôtpfat thường dùng làm lớp lót cho sơn, lớp chống gỉ sắt, thép bôi trơn gia công nguội, giảm ma sát và cách điện.

I. CHỦNG LOẠI PHÔTPHAT HÓA

1. Phân loại phôtpfat hóa theo nhiệt độ

(1) Phôtpfat hóa ở nhiệt độ cao

Phôtpfat hóa ở nhiệt độ 80 – 100°C, tốc độ tạo màng nhanh, độ dày màng phôtpfat 10 – 30 g/m², tiêu hao năng lượng lớn, kết tủa nhiều, dùng để chống gỉ và giảm ma sát của sắt thép.

(2) Phôtpfat hóa ở nhiệt độ trung bình

Phôtpfat hóa ở nhiệt độ 50 – 75°C, thời gian xử lý 5 – 15 phút, độ dày màng 1 – 7 g/m², là công nghệ phôtpfat được dùng rộng rãi nhất. Chủ yếu dùng để chống gỉ, giảm ma sát bôi trơn gia công nguội.

(3) Phôtpfat ở nhiệt độ thường 10 - 400°C

Phôtpfat hóa ở nhiệt độ thường tạo màng chậm, tiêu hao năng lượng ít, độ dày màng 0,2 – 7 g/m², quá trình phôtpfat hóa phải có chất xúc tiến, để nâng cao tốc độ phôtpfat hóa.

2. Phân loại phôtpfat hóa theo thành phần dung dịch

(1) Phôtpfat hóa hệ kẽm

Phôtpfat hóa hệ kẽm gồm có hệ kẽm, hệ canxi – kẽm, hệ kẽm – mangan, ion kim loại trong dung dịch phôtpfat hóa kẽm là Zn^{+2} , thành phần màng $Zn_2Fe(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$. $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$, ion kim loại trong dung dịch phôtpfat hệ kẽm – mangan là Zn^{+2} và số lượng ít Mn^{+2} , thành phần màng là $Zn_2Mn(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$, $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$, hệ kẽm – canxi có ion Ca^{+2} , thành phần màng $Zn_2Ca(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$.

(2) Phốtphat hóa hệ sắt

Trong dung dịch phốtphat hóa hệ sắt có lượng nhất định ion Fe, màng mỏng, trọng lượng màng 0,3 – 1 g/m², tính chống giật không cao, nhưng độ bám chắc tốt, thường dùng để sơn lót.

(3) Phốtphat hệ Mangan

Phốtphat hóa hệ Mangan có hệ thuần Mangan, hệ Mangan – kẽm, hệ Mangan – sắt. Thành phần chủ yếu trong dung dịch phốt phat là ion Mn²⁺, màng phốt phat dày, trọng lượng màng 10 – 43 g/m², tính bôi trơn và tính chống giật của màng tốt, dùng để làm màng chịu mài mòn và giảm ma sát.

3. Thành phần và tính chất màng

Thành phần và tính chất màng quyết định bởi tính chất kim loại nền và trạng thái bề mặt. Thành phần và chế độ công nghệ phốtphat hóa xem bảng 20 – 1.

Bảng 20 – 1. Thành phần và chế độ công nghệ phốtphat hóa

Loại màng	Thành phần chủ yếu dung dịch phốt phat	Thành phần chủ yếu màng phốt phat hóa	Bề ngoài màng	Trọng lượng màng (g/m ²)
Kẽm phốtphat	Zn(H ₂ PO ₄) ₂	Zn ₂ (PO ₄) ₂ ·4H ₂ O Zn·Fe(PO ₄) ₂ ·4H ₂ O	Màu tro nhạt → màu tro đậm	1 – 60
Kẽm canxi phốtphat	Zn(H ₂ PO ₄) ₂ Ca(H ₂ PO ₄) ₂	Zn·Fe(PO ₄) ₂ ·4H ₂ O Zn·Ca(PO ₄) ₂ ·2H ₂ O	Màu tro nhạt → màu tro đậm	1 – 15
Mangan phốtphat	Mn(H ₂ PO ₄) ₂ Fe(H ₂ PO ₄) ₂	Fe ₃ (PO ₄) ₂ ·4H ₂ O	Màu tro nhạt → màu tro đậm	1 – 60
Kẽm Mangan phốtphat	Zn(H ₂ PO ₄) ₂ Mn(H ₂ PO ₄) ₂	ZnFeMn(PO ₄) ₂ ·2H ₂ O	Màu tro nhạt → màu tro đậm	1 – 60
Sắt phốtphat	Fe(H ₂ PO ₄) ₂	Fe ₃ (PO ₄) ₂ ·8H ₂ O	Tro đậm	5 – 10
Sắt phốtphat (muối kim loại kiềm)	NaH ₂ PO ₄ NH ₄ H ₂ PO ₄	Fe ₃ (PO ₄) ₂ ·8H ₂ O Fe ₂ O ₃	Màu cầu vồng tro	0,5 – 1

II. CÔNG NGHỆ PHÔTPHAT HÓA

1. Công nghệ phốtphat hóa nhiệt độ cao trung bình

(1) Thành phần và chế độ công nghệ

Thành phần và chế độ công nghệ phốtphat hóa nhiệt độ cao, trung bình xem bảng 20 – 2, 20 – 3.

Bảng 20 – 2. Thành phần và chế độ công nghệ phốtphat hóa nhiệt độ cao

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>
$x\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot y\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	30 – 40	30 – 35			
$\text{Zn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$			30 – 40	28 – 36	
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$		50 – 65	55 – 65	42 – 56	15 – 18
$\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$	15 – 25				
H_3PO_4				9,5 – 13,5	0,98 – 2,74
$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$					7 – 9
$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$					11 – 15
ZnCl_2					3,5 – 4,5
Độ axit tự do	3,5 – 5	5 – 8	6 – 9	12 – 15	1 – 1,2
Tổng độ axit	30 – 50	40 – 60	40 – 58	60 – 80	20 – 28
Nhiệt độ (°C)	94 – 98	90 – 98	90 – 95	92 – 98	85 – 95
Thời gian (phút)	15 – 20	15 – 20	8 – 15	10 – 15	6 – 9

Bảng 20 – 3. Thành phần và chế độ công nghệ phốtphat hóa nhiệt độ trung bình

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
$x\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot y\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	30 – 40	30 – 35		
$\text{Zn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$				10
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$			30 – 40	13
$\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$	70 – 100	80 – 100		
$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$	25 – 40		80 – 100	1,5
H_3PO_4				4 – 5
Chất xúc tiến				0,8
Độ axit tự do	5 – 8	5 – 7	5 – 5,7	4 – 7
Tổng độ axit	60 – 100	50 – 80	60 – 80	30 – 40
Nhiệt độ (°C)	60 – 70	50 – 70	60 – 70	60 – 65
Thời gian (phút)	7 – 15	10 – 15	10 – 15	10 – 15

(2) Pha chế và điều chỉnh dung dịch

a) Pha chế dung dịch phốtphat

Cho nước đến 2/3 thể tích bể, sau đó cho các hóa chất đã hòa tan riêng biệt vào bể, cho nước đến mức quy định, khuấy đều. Cho một ít phôi sắt để làm tăng lượng ion Fe^{2+} trong dung dịch, cho đến khi màu dung dịch phốtphat biến thành màu vàng nâu ổn định. Tiến hành phân tích và điều chỉnh dung dịch.

b) Điều chỉnh độ axit tự do và tổng độ axit

Độ axit tự do biểu thị tham số hàm lượng H_3PO_4 tự do trong dung dịch, thường biểu thị FA, tổng độ axit biểu thị tham số tổng độ H_3PO_4 và muối phốtphat hòa tan

trong dung dịch, biểu thị TA. Tỷ số axit là AR (TA/FA). Độ axit của dung dịch photphat hóa là số ml NaOH tiêu chuẩn tiêu hao khi dùng dung dịch NaOH 0,1 mol để chuẩn 10 ml dung dịch photphat hóa. Khi dùng chất chỉ thị là phenol phthalein, số ml dung dịch NaOH 0,1 mol cần dùng gọi là tổng độ axit. Khi dùng chất chỉ thị là Metyl da cam, số ml dung dịch 0,1 mol cần dùng gọi là độ axit tự do.

Khi độ axit tự do thấp có thể cho $x\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ $y\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ hoặc $\text{Zn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$, thông thường cho với hàm lượng 5 – 6 g/l, khi độ axit tự do cao hơn 1 điểm. Khi độ axit tự do cao, cho ZnO với hàm lượng 0,5 g/l, độ axit tự do giảm 1 điểm. Khi tổng độ axit thấp, cho $x\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ $y\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ hoặc $\text{Zn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$, cũng có thể cho $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ hoặc $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$. Cho $x\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ $y\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ hoặc $\text{Zn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ với hàm lượng 5 – 6 g/l tổng độ axit nâng cao 5 – 6 điểm, cho $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 2 g/l hoặc $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ 4 g/l tổng độ axit nâng cao 1 điểm. Tổng độ axit quá cao có thể pha loãng bằng nước.

(3) *Ảnh hưởng của công nghệ photphat hóa*

a) *Độ axit và tỷ số độ axit*

Nâng cao tổng độ axit có thể nâng cao tốc độ phản ứng photphat, màng kết tinh mịn. Trong thực tế sản xuất, tổng độ axit thường không chế ở giới hạn trên trong phạm vi quy định. Nhưng độ axit quá cao mang mỏng, sinh ra nhiều kết tủa, nếu thấp tốc độ tạo màng chậm, độ kết tinh thô. Tổng độ axit photphat hóa nhiệt độ cao không chế là 40 – 60, photphat nhiệt độ trung bình không chế là 60 – 100.

Độ lớn của độ axit tự do có quan hệ với tốc độ hòa tan nhanh, chậm của kim loại nền. Quá trình tạo màng photphat là quá trình ăn mòn kim loại nền và hình thành màng. Vì thế để được lớp màng photphat, trong dung dịch cần có độ axit tự do nhất định. Độ axit tự do cao, sắt hòa tan nhanh, sinh ra nhiều khí hydro, vì thế dẫn đến tốc độ tạo màng chậm, màng kết tinh thô, nhiều lỗ, đồng thời sinh ra nhiều kết tủa, độ axit tự do thấp, màng mỏng.

Độ axit của dung dịch photphat hóa có thể không chế bằng tỷ số độ axit, tỷ số độ axit nhỏ nghĩa là độ axit tự do cao, ngược lại độ axit tự do thấp. Thông thường không chế tỷ số axit nhiệt độ cao là 6 – 9, không chế tỷ số axit nhiệt độ trung bình là 10 – 15, khi nhiệt độ hạ xuống, tỷ số axit cần nâng cao thích hợp.

b) *Ion kim loại*

Ngoài ion kim loại kiềm, tích số hòa tan muối photphat của nhiều kim loại rất nhỏ là chất xúc tiến khi photphat hóa. Vì vậy, dung dịch photphat hóa thường cho ion kim loại khác với kim loại nền, ví dụ như Zn^{+2} , Mn^{+2} , Ca^{+2} và Ni^{-2} v.v. Theo cơ chế tác dụng của ion kim loại mà phân làm hai loại, một loại là ion kim loại quý, có điện thế dương hơn kim loại nền, nếu nền là sắt, ion Ag^+ , Cu^+ v.v. thuộc loại này, chúng rất dễ thay thế trên sắt, hình thành Fe kim loại quý, mở rộng vùng catô. Thúc đẩy quá trình photphat, còn loại khác không sinh ra phản ứng trao đổi trên bề mặt kim loại nền, nhưng tác dụng với PO_4^{+3} hình thành ion kim loại muối photphat độ hòa tan rất nhỏ, thúc đẩy tốc độ photphat hóa, cải thiện sự hình thành và độ hạt của tinh thể.

c) Ion âm

Trong dung dịch phốtphat hóa có hai loại ion âm, $H_2PO_4^-$ và NO_3^- , NO_2^- v.v. của chất xúc tiến loại ôxi hóa. Chất đầu là thành phần chủ yếu tạo màng, chất sau là chất xúc tiến của phản ứng tạo màng. Mặc dù cơ chế tác dụng của hai loại ion này không rõ ràng, nhưng có tác dụng rất quan trọng đến tốc độ tạo màng và chất lượng màng.

Hàm lượng $H_2PO_4^-$ không chỉ ảnh hưởng đến tốc độ tạo màng mà còn ảnh hưởng đến chất lượng màng. Hàm lượng $H_2PO_4^-$ đạt đến giá trị nhất định mới đảm bảo tốc độ tạo màng nhanh, màng kết tinh mịn. Khi hàm lượng thấp màng không mịn, chống giòn kém, thậm chí không có màng, khi hàm lượng cao, màng bám chắc kém, vết tro trắng trên bề mặt chi tiết nhiều. Ion NO_3^- , NO_2^- , F^- có tác dụng xúc tiến làm tăng tốc độ phốtphat, làm màng phốtphat mịn, nhưng không phải là thành phần tạo thành màng phốtphat. Khi phốtphat hóa ở nhiệt độ trung bình và nhiệt độ thường, những ion này là những chất không thể thiếu. Hàm lượng NO_3^- nhiều, hòa tan kim loại nhanh, màng phốtphat mỏng hoặc kết tủa nhiều, dễ sinh ra vết giòi vàng, NO_2^- là chất xúc tiến tốt ở nhiệt độ thấp, làm giảm số lỗ xốp, nâng cao tính chống giòn của màng. F^- là chất hoạt hóa làm tăng tốc độ hình thành hạt nhân tinh thể màng phốtphat, nâng cao độ bền chống giòn của màng.

d) Nhiệt độ

Hình thành màng phốtphat là quá trình phản ứng thu nhiệt, nhiệt độ có ảnh hưởng rất lớn đến tốc độ phản ứng tạo màng phốtphat, khi phốtphat hóa ở nhiệt độ trung bình và thấp cần phải có trợ giúp chất xúc tiến.

e) Ảnh hưởng của tính chất và trạng thái bề mặt

Tính chất và trạng thái bề mặt khác nhau hiệu quả phốtphat hóa khác nhau. Thép cacbon cao và trung bình, thép hợp kim dễ phốtphat hóa, độ dày màng phốtphat đồng đều nhưng kết tinh thô. Thép cacbon thấp, màng phốtphat mỏng, kết tinh mịn, nếu trước khi phốtphat tiến hành xử lý ăn mòn thích hợp, có thể nâng cao chất lượng màng. Thông thường, bề mặt già công nóng dễ tạo thành màng phốtphat, bề mặt già công nguội do có lớp màng cứng, màu sắc màng phốtphat hóa thu được không đều, cần phải tẩy lớp cứng trong axit mạnh, mới được màng phốtphat màu sắc đồng đều. Khi bề mặt thô, màng phốtphat dễ hình thành, nhưng sau khi sơn chịu va đập kém.

i) Điều chỉnh bề mặt

Để tạo điều kiện hình thành màng phốtphat, tăng tốc độ tạo màng, dùng dung dịch đặc biệt để xử lý bề mặt. Chất điều chỉnh bề mặt có ba loại:

– Chất điều chỉnh bề mặt tính axit: Các axit hữu cơ như axit oxalic, citric, tartaric v.v. có tác dụng khử đi màng ôxi hóa có chất hàn, màng đầu trên bề mặt chi tiết, là chất điều chỉnh bề mặt chuyên dùng cho những chi tiết sắt thép hàn. Chất điều chỉnh bề mặt thường có nồng độ rất thấp, sau khi xử lý không cần rửa nước, trực tiếp tiến hành phốtphat hóa. Công nghệ điều chỉnh bề mặt: axit oxalic $H_2C_2O_4$ 3 – 5 g/l, nhiệt độ thường, thời gian 1 phút.

– Chất hoạt động bề mặt: chất hoạt động bề mặt là xà phòng hoặc $C_{12}H_{25}SO_4Na$, có tác dụng làm giảm sức căng bề mặt làm cho màng photphat đồng đều

Công nghệ xử lý xà phòng: xà phòng 10 – 20 g/l, Na_2CO_3 : 15 – 30 g/l, nhiệt độ 50 – 60°C, thời gian 2 – 5 phút.

– Chất điều chỉnh bề mặt muối kim loại: Những chất này là muối kim loại Ti, Mn v.v. Hạt keo của những muối kim loại này hấp phụ trên bề mặt sắt thép, tạo nên hạt nhân kết tinh tạo màng, làm tăng tốc độ phản ứng, hạt kết tinh mịn. Titan photphat là chất điều chỉnh bề mặt thường dùng nhiều nhất.

k) *Ảnh hưởng của tạp chất*

Tạp chất chủ yếu không phải là chất gốc axit và một số ion kim loại có tác dụng xúc tiến, mà là ion như SO_4^{2-} , Cl^- và Cu^{+2} v.v. Hàm lượng SO_4^{2-} không chế phạm vi dưới 0,5 g/l, nếu quá lượng quá trình photphat kéo dài, màng photphat nhiều lỗ, đẽ gi. Ảnh hưởng của Cl^- giống như SO_4^{2-} hàm lượng không chế dưới 0,5 g/l. Lượng rất nhỏ Cu^{+2} làm tăng tốc độ photphat. Khi hàm lượng cao bề mặt màng photphat dỏ, tính chống gi kiêm, có thể loại bỏ bằng phơi sét.

(4) *Xử lý sau khi photphat*

Mục đích xử lý sau khi photphat để nâng cao tính chống gi của màng. Chất chủ yếu là chất điện đẩy muối cromat và chất bit lô hữu cơ. Công nghệ xử lý sau khi photphat xem bảng 20 – 4.

Bảng 20 – 4. Thành phần và chế độ công nghệ xử lý sau khi photphat

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>
$K_2Cr_2O_7$	60 – 80	50 – 80			
CrO_3			1 – 3		
Na_2CO_3	4 – 6				
Xà phòng				30 – 35	
Dầu chống gi					100
Nhiệt độ (°C)	80 – 85	70 – 80	70 – 90	80 – 90	105 – 110
Thời gian (phút)	5 – 10	8 – 12	3 – 5	3 – 5	5 – 10

2. Công nghệ photphat hóa nhiệt độ thường

(1) *Đặc điểm photphat hóa ở nhiệt độ thường*

Nhiệt độ photphat hóa tiến hành ở nhiệt độ thường (20 – 35°C). Hệ photphat hóa ở nhiệt độ thường đa số ở hệ sắt và hệ kẽm. Photphat hóa ở nhiệt độ thấp thường cho thêm chất xúc tiến để bù đắp khuyết điểm tốc độ tạo màng thấp. Hiện nay đều sử dụng chất xúc tiến là hỗn hợp nhiều loại chất ôxi hóa. Tính năng và hệ chất xúc tiến thường dùng ở nhiệt độ thấp, xem bảng 20 – 5.

Bảng 20 – 5. Tính năng và he chất xúc tiến thường dùng ở nhiệt độ thường

He chất xúc tiến	Tính năng			
	Kết tủa	Tốc độ tạo màng	Bó sung bể	Quản lý dung dịch
$\text{NO}_3^- / \text{NO}_2^-$	Thường	Nhanh	Bó sung thường xuyên	Đơn giản
$\text{NO}_3^- / \text{ClO}_3^- / \text{NO}_2^-$	Nhiều	Nhanh	Bó sung thường xuyên	Đơn giản
$\text{NO}_3^- / \text{ClO}_3^-$	Nhiều	Chậm	Định kỳ bổ sung	Thường
$\text{NO}_3^- / \text{chất hữu cơ gốc nitro}$	Rất ít	Nhanh	Định kỳ bổ sung	Thường

Đặc điểm photphat hoá ở nhiệt độ thường cần phải xử lý điều chỉnh bề mặt. Quá trình hình thành màng photphat là do sự hòa tan kim loại nền và sự hình thành kết tinh muối photphat, chất xúc tiến ánh hưởng chủ yếu đến quá trình hòa tan. Sự hình thành màng tinh thể đầu tiên chủ yếu do tác dụng của chất điều chỉnh bề mặt.

Photphat hóa nhiệt độ thường được lớp màng mỏng kết tinh mịn, tính năng chống giòi và chịu nhiệt độ thấp, không bằng màng photphat hóa nhiệt độ cao, trung bình. Phot phat hóa nhiệt độ thường, tiết kiệm năng lượng, giá thành thấp.

(2) Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ photphat hóa nhiệt độ thường

Xem bảng 20 – 6.

Bảng 20 – 6. Thành phần và chế độ công nghệ photphat hóa ở nhiệt độ thường

Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ	1	2	3	4	5
$x(\text{FeH}_2\text{PO}_4)_x y\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_y$	30 – 40	40 – 65			
$\text{Zn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$			60 – 70	50 – 70	
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	140 – 160	50 – 100	60 – 80	80 – 100	
NaF	3 – 5	3 – 4,5	3 – 4,5		
ZnO		4 – 8	4 – 8		
NaNO_2				0,2 – 1	
NaH_2PO_4					10
H_3PO_4					10
$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$					4
$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$					5
NaClO_3					5
Độ axit tự do	3,5 – 5	3 – 4	3 – 4	4 – 6	3 – 5
Tổng độ axit	85 – 100	50 – 90	70 – 90	75 – 95	10 – 20
Nhiệt độ (°C)	Thường	Thường	Thường	Thường	Thường
Thời gian (phút)	40 – 60	30 – 45	30 – 45	20 – 40	> 5

(3) **Những nhân tố ảnh hưởng phôtphat hóa nhiệt độ thường**

a) Zn^{+2} , PO_4^{-3} và chất xúc tiến

Đối với công nghệ phôtphat hóa hệ kẽm, Zn^{+2} , PO_4^{-3} và chất xúc tiến ảnh hưởng trực tiếp đến màng phôtphat. Thông thường khi nhiệt độ giảm, cần nồng cao hàm lượng Zn^{+2} và PO_4^{-3} mới bảo đảm tốc độ tạo màng nhất định, ở nhiệt độ thường hàm lượng Zn^{+2} là 1,5 g/l, PO_4^{-3} là 15 – 25 g/l. Khi dùng công nghệ phun hàm lượng có thể giảm đi, khi phôtphat hóa nhúng, hàm lượng cao hơn. Khi sử dụng công nghệ điện di (công nghệ sơn điện di là công nghệ mới dùng để sơn ôtô), hàm lượng Zn^{+2} thường không chế dưới 2 g/l và cho thêm lượng nhỏ ion Ni^{+2} và Mn^{+2} , để nâng cao độ bền chống gỉ và chịu kiềm của màng. Khi chọn chất ôxi hóa không chỉ căn cứ vào sự mạnh, yếu của chất ôxi hóa, mà còn phải chọn chất ôxi hóa mà sắt thép trong hệ này không bị thụ động.

b) Độ axit

Độ axit tự do cao, tốc độ phôtphat hóa chậm, có khi không tạo màng phôtphat, độ axit thấp làm cho bề mặt sản phẩm, toàn bộ hoặc cục bộ thụ động hóa, xuất hiện màng có màu cầu vồng hoặc không có màng. Tỷ số độ axit phôtphat ở nhiệt độ thường cao hơn phôtphat ở nhiệt độ cao và trung bình, thông thường lớn hơn 20. Tỷ số độ axit được điều chỉnh theo nhiệt độ và độ pH. Nhiệt độ cao, tỷ số axit và pH cần nhỏ, nhiệt độ thấp tỷ số axit và pH cần lớn hơn.

c) Điều chỉnh bề mặt

Khi phôtphat hóa ở nhiệt độ thường, chất điều chỉnh bề mặt ảnh hưởng trực tiếp đến tốc độ tạo màng và chất lượng màng. Nếu dùng chất điều chỉnh bề mặt keo Tuan phôtphat thì thành phần dung dịch và chế độ công nghệ như sau: Hàm lượng 1 – 3 g/l, pH = 8 – 9, thời gian lớn hơn 30 giây. Dung dịch xử lý có màu keo trắng sữa, nếu biến thành dạng trong suốt thì chắt điều chỉnh bề mặt mất hiệu quả, cần phải thay thế.

3. Công nghệ phôt phat hóa khác

(1) Phôt phat hóa tổng hợp

Phôtphat hóa tổng hợp thực hiện bốn công nghệ chủ yếu như tẩy dầu, tẩy giò, phôtphat hóa, thụ động hóa trong một bể. Công nghệ này đơn giản, rút ngắn thời gian, nâng cao năng suất lao động. Nhưng công nghệ này chỉ dùng để làm lớp lót cho sơn, yêu cầu không cao.

Dung dịch phôtphat hóa tổng hợp gồm có axit phôtphoric, chất xúc tiến, chất tạo màng, phức chất và chất hoạt động bề mặt.

a) Nguyên lý cơ bản

Chỉ liết chưa được xử lý nhưng vào dung dịch phôtphat hóa tổng hợp, nhờ tác dụng nhu hóa thẩm thấu, thẩm ướt của chất hoạt động bề mặt, làm giảm sức cản bề mặt, đồng thời dung dịch phôtphat thẩm thấu màng dầu, làm tăng tốc độ tẩy dầu, khi xử

lý trong dung dịch có độ axit cao, tẩy được lớp oxit trên bề mặt chi tiết, tạo thành FeHPO_4 . Sau khi lấy chi tiết ra từ tẩy dầu, tẩy giò, không cần rửa, để trong không khí, dung dịch và chất hoạt tính tiếp tục phản ứng, hình thành muối sắt photphat, tạo nên màng photphat trên bề mặt.

b) Thành phần và chế độ công nghệ

Xem bảng 20 – 7.

Bảng 20 – 7. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ photphat tổng hợp

<i>Thành phần dung dịch (g/l) và chế độ công nghệ</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
H_3PO_4	50 – 60		100	10 ml/l
$\text{Zn}(\text{H}_3\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$		30 – 40		
ZnO			30	
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	12 – 18	80 – 100	160	45 – 50
$\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$	180 – 210			9 – 10
$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$		5	5	4
$\text{Cr}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$	5	0,4 – 0,5		0,3 – 0,4
MgCl_2	0,3 – 0,4		3	
TiO_2SO_4				0,1
Chất hoạt động bề mặt AS (ml/l)	15 – 20	15 – 20	20 – 30	
Chất nhũ hóa OP (ml/l)	10 – 15			12
$(\text{NH}_3)_2\text{MoO}_4$			1	
$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$			0,3	
HNO_3 (ml/l)			2 ml/l	
Độ axit tự do	10 – 15	18 – 25	18 – 25	2
Tổng độ axit	130 – 150	75 – 100	180 – 220	25
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	55 – 65	50 – 65	60 – 65	< 85
Thời gian (phút)		5 – 6	5 – 15	

c) Pha chế dung dịch

Cho H_3PO_4 vào bể, trong thùng khác cho nước vào ZnO thành dạng hổ đặc, khuấy đều, dần dần cho vào bể. Sau đó cho $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ cho nước làm loãng đến 2/3 thể tích bể. Sau đó, cho chất hoạt động bề mặt AS, chất nhũ hóa OP, khuấy đều cho $\text{Cr}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$ (trước tiên dùng H_3PO_4 làm loãng), cho $(\text{TiO}_2)\text{SO}_4$, cho nước đến thể tích quy định, khuấy đều, để nguội xử lý bằng phôi sắt. Điều chỉnh độ axit.

d) Bảo vệ công nghệ

- Dung dịch photphat hóa tổng hợp cần có ion Fe^{+2} , nếu ion Fe^{+2} không đủ, dung dịch sẽ có kết tủa nhiều. Khi ion Fe^{+2} đủ, tốc độ photphat hóa nhanh, màng kết tinh mịn, dung dịch ổn định.
- Photphat hóa tổng hợp dùng cho sắt thép có dầu mỡ và giò nhẹ, nếu có giò nặng cần phải xử lý tẩy dầu, tẩy giò.
- Khi thao tác để phòng nhiệt độ cao, khi nhiệt độ cao hơn 70°C , HNO_3 dễ phân hủy.
- Bổ sung dung dịch ở trạng thái ngoài, khi dung dịch nóng không được cho HNO_3 đặc và $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ rắn.

(2) Photphat hóa đen

Đặc điểm màng photphat đen có màu nâu đen, kết tinh mịn không ảnh hưởng đến kích thước chi tiết, dùng để trang trí, bảo vệ chi tiết dúc, chính xác. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ photphat hóa xem bảng 20 – 8.

Bảng 20 – 8. Thành phần dung dịch và chế độ công nghệ photphat hóa đen

<i>Thành phần dung dịch (g/l)</i> <i>và chế độ công nghệ</i>	<i>I</i>	<i>2</i>
$x\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$, $y\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	25 – 35	55
$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$		13,6
H_3PO_4	1 – 3	
$\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$	30 – 50	0,57
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$		2,5
NaNO_3	15 – 25	
CaO	8 – 12	6 – 7
Độ axit tự do	1 – 3	4,5 – 7,5
Tổng độ axit	24 – 26	58 – 84
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	85 – 95	96 – 98
Thời gian (phút)	30	

Chú ý: Công nghệ 1: Trước khi photphat hóa, cần nhúng trong dung dịch Na_2S , thời gian 5 – 20 giây, không rửa, cho vào bể photphat.

Công nghệ 2: cần phải photphat 2 – 3 lần: photphat hóa lần 1, ngâm chi tiết vào trong bể, không thấy hơi khí thì lấy ra, rửa, sau đó ngâm vào trong dung dịch H_2SO_4 15%, thời gian 1 phút, rửa, xử lý photphat hóa 2 – 3 lần.

III. KIỂM TRA CHẤT LƯỢNG MÀNG PHÔTPHAT

Kiểm tra chất lượng màng phôtpfat bao gồm bề mặt ngoài, tính chống gi, trọng lượng màng, độ dày màng, độ bám chắc màng v.v.

1. Kiểm tra bề ngoài

Bang mắt thường quan sát màu sắc và tính đồng đều của màng, dùng kính hiển vi quang học hoặc kính hiển vi điện tử để xác định kích thước tinh thể. Màng phôtpfat hóa đồng đều, liên tục, kết tinh mịn không bẩn, không có chỗ khiếm khuyết, không có vết, không có kết tủa màu trắng và bột. Xem bảng 20 – 9.

Bảng 20 – 9. Tiêu chuẩn kiểm tra bề ngoài màng phôtpfat

<i>Loại màng</i>	<i>Phương pháp quan sát</i>	<i>Màu sắc</i>	<i>Trạng thái kết tinh</i>	<i>Tính đồng đều</i>
Hệ kẽm, hệ Mn, hệ Fe	Mắt thường, kính hiển vi nhỏ hơn 6	Màu tro hoặc đen. Màng hệ Fe đen	Thấy được cấu tạo kết tinh	
Hệ Zn, hệ Mn, hệ Ca – Zn	Mắt thường, kính hiển vi nhỏ hơn 6	Màu tro đến màu đen	Khó thấy cấu tạo kết tinh	Màng đồng đều, không vết, điểm trắng, không ăn mòn, vết tay
Hệ Fe	Mắt thường, kính hiển vi nhỏ hơn 6	Màng $0,1 - 1 \text{ g/m}^2$ có màu cau vàng $> 1 \text{ g/m}^2$, màu do đen đậm	Thấy được cấu tạo kết tinh	

2. Kiểm tra độ bền chống gi

Có hai phương pháp: phương pháp nhúng và phương pháp nhò giọt.

(1) Phương pháp nhúng

Mẫu sau khi phôtpfat hóa, ngâm vào trong dung dịch NaCl 3%, sau 2 giờ lắc ra, bề mặt không gi là hợp quy cách. Thời gian xuất hiện vết gi càng dài, độ bền chống gi càng lớn.

(2) Phương pháp nhò giọt

Dùng dung dịch CuSO₄ nhò giọt trên màng phôtpfat hóa, ở nhiệt độ thường, quan sát thời gian biến màu đỏ. Thời gian biến màu đỏ càng dài, chứng tỏ màng dày và mịn. Thời gian biến màu lớn hơn 5 phút màng dày, lớn hơn 2 phút màng có độ dày trung bình, thời gian biến màu lớn hơn 1 phút màng mỏng.

Pha chế dung dịch CuSO₄ như sau:

CuSO₄ (0,25 mol/l): 40 ml

NaCl (10%): 20 ml

HCl (0,1 mol/l): 0,8 ml

Ngoài ra còn thông qua thí nghiệm phun muối để phán đoán độ bền chống gi của màng.

3. Trọng lượng màng và độ dày màng

(1) Kiểm tra độ dày màng

Dùng máy đo có từ tính hoặc kính hiển vi kim tương để đo độ dày màng phốtphat.

(2) Kiểm tra trọng lượng màng

Kiểm tra trọng lượng màng bằng cách xác định mẫu thí nghiệm có diện tích nhất định, sự chênh lệch trọng lượng của mẫu trước khi và sau khi hòa tan màng.

Tẩy lớp màng phốtphat hệ Zn và Mn, dùng dung dịch CrO_3 5% ($70 - 80^\circ\text{C}$, 10 – 15 phút), tẩy lớp màng phốtphat hệ Fe dùng dung dịch NaOH 180 g, EDTA 90 g, H_2O 640 g ($20 - 30^\circ\text{C}$, 15 phút).

4. Thí nghiệm độ bám chắc lớp màng

Tiêu chuẩn ISO quy định: dùng dao đơn hoặc dao 6 lưỡi (cách nhau 1mm) có góc nghiêng 30° vạch thẳng góc dọc ngang trên bề mặt màng, cứ cách 1mm vạch 6 vạch, vết vạch phải sâu hết độ dày màng, sau đó dùng ngón tay trỏ dính nhẹ nhè trên bề mặt màng để kiểm tra sự bong màng.

Phân làm 6 cấp như sau:

Cấp 0: Màng hoàn chỉnh không có vạch nào bong.

Cấp 1: Bong ở chỗ vạch không lớn hơn 5%.

Cấp 2: Bong màng nằm trong khoảng 5% – 15%.

Cấp 3: Bong không lớn hơn 35%.

Cấp 4: Bong không lớn hơn 65%.

Cấp 5: Bong lớn hơn 65%.

Ngoài thí nghiệm vạch như trên còn có thể đo độ bám chắc bằng thí nghiệm đột dập.

Chương 21

KIỂM TRA TÍNH NĂNG DUNG DỊCH MẶ

I. KIỂM TRA PH DUNG DỊCH

1. Giấy đo độ pH

Giấy đo độ pH gồm hai loại: giấy đo thông thường và giấy đo chính xác. Khi đo cần chú ý:

- Tốt nhất trước tiên dùng giấy đo thông thường để xác định phạm vi độ pH, sau đó dùng giấy đo chính xác để xác định pH chính xác.
- Giấy đo pH cùng phạm vi pH, sản xuất ở các nước khác nhau, giá trị pH có sai số.
- Đo pH dung dịch, màu sắc ở phần ướt trên giấy đo.
- Giấy đo pH để lâu bị ánh sáng mặt trời chiếu hoặc trong môi trường hóa chất đều mất tác dụng.

2. Máy đo pH

Để xác định chính xác độ pH dùng máy đo độ pH nhãn hiệu khác nhau:

- Máy đo loại 25 có độ chính xác $\pm 0,1$ (10 mV).
- Máy đo loại PHS – 2 có độ chính xác $\pm 0,01$ (1 mV).
- Máy đo loại PHS – 3 có độ chính xác $\pm 0,01$.

Điện cực sò sánh và điện cực đo trong máy đo pH có nhiều loại, nhưng dùng nhiều nhất là điện cực thủy ngân và điện cực thủy tinh, chúng có thể đo toàn bộ giá trị pH. Nhưng điện cực thủy tinh trong axit mạnh ($pH < 1$) hoặc kiềm mạnh ($pH > 9$) có sai số cần phải hiệu chỉnh. Nếu điện cực thủy tinh được làm bằng thủy tinh đặc biệt có thể sử dụng trong dung dịch kiềm mạnh.

Điện cực thủy tinh móng dễ vỡ khi dùng phải cẩn thận.

II. KIỂM TRA DUNG DỊCH MẶ BẰNG THÍ NGHIỆM HULL

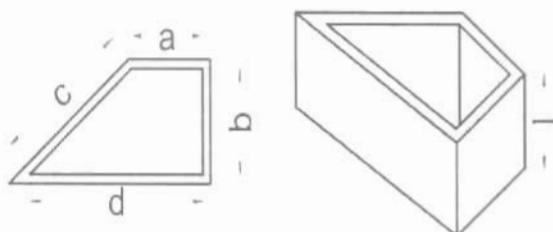
1. Ứng dụng thí nghiệm Hull trong mạ

Bể Hull là bể thí nghiệm có thể tích nhỏ hiệu quả tốt, thao tác đơn giản. Nó có thể đánh giá rất nhanh phạm vi mêtô dòng điện cho phép và những điều kiện công nghệ khác (như nhiệt độ, giá trị pH v.v.) để được lớp mạ tốt, nghiên cứu ảnh hưởng các thành phần dung dịch và chất phụ gia, phân tích nguyên nhân xảy ra sự cố v.v. Vì vậy, thí nghiệm này được sử dụng rộng rãi.

2. Thiết bị thí nghiệm và cấu tạo bể Hull

(1) Cấu tạo bể Hull

Cấu tạo cơ bản của bể Hull xem hình vẽ 21.1. Bể làm bằng nguyên liệu trong suốt, chịu axit, chịu kiềm (như thủy tinh hữu cơ) để quan sát thí nghiệm.



Hình 21.1. Cấu tạo bể Hull

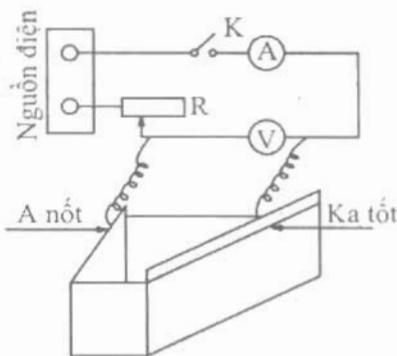
Giữa anôt và catôt bể Hull không song song, có góc độ nhất định, đó là đặc điểm cơ bản của bể Hull. Thể tích dung dịch trong bể Hull chia làm ba loại: 1000 ml, 500 ml, 250 ml. Thông thường dùng hai loại 1000 ml và 250 ml, loại 250 ml được dùng rộng rãi. Nếu như trong bể 250 ml cho vào 2 gam chất rắn thì nồng độ của nó là 8 g/l, kích thước của bể Hull 250 ml, 1000 ml xem bảng 21 – 1.

Bảng 21 – 1. Kích thước bên trong bể Hull (mm)

Loại	Thể tích 1000 ml	Thể tích 250 ml
a	119	48
b	86	64
c	127	102
d	213	127
e	85	65

(2) Thiết bị thí nghiệm

Mạch điện bể Hull giống như bể mạ, xem hình vẽ 21.2. Để làm ổn định cường độ dòng điện, dùng thiết bị ổn áp hoặc nguồn điện ổn định.



Hình 21.2. Thiết bị thí nghiệm bể Hull

3. Phương pháp thí nghiệm Hull

(1) Chọn dung dịch

Để thu được kết quả chính xác, chọn dung dịch phải tiêu biểu. Khi lặp lại thí nghiệm, thể tích mỗi lần thí nghiệm phải giống nhau. Khi dùng anôt không hòa tan, sau 1 – 2 lần thí nghiệm phải thay dung dịch. Nghiên cứu ảnh hưởng của tạp chất vi lượng hoặc chất phụ gia số lần thí nghiệm của bể phải giảm đi.

(2) Chọn anôt, catôt

Anôt, catôt của bể Hull là tấm mỏng, kích thước xem bảng 21 – 2.

Bảng 21 – 2. Kích thước anôt, catôt bể Hull (mm)

Loại bể Hull	Kích thước catôt	Kích thước anôt
Loại 250 ml	100 × 70	63 × 70
Loại 1000 ml	125 × 90	85 × 90

Anôt dày 3 – 5 mm, nguyên liệu anôt dùng như trong sản xuất, có thể dùng anôt thép không gỉ không hòa tan. Trong một số dung dịch, anôt dễ thụ động, có thể dùng dạng lưới, nhưng độ dày không quá 5 mm. Khi dùng anôt cho mạ crôm, cần phải xử lý màng mỏng chì óxit màu nâu, mới sử dụng được.

Độ dày catôt 0,25 – 1 mm, tuỳ theo yêu cầu mà sử dụng nguyên liệu, có thể dùng tấm thép đồng hoặc đồng vàng, bề mặt cần phải bóng, bằng phẳng.

(3) Chọn cường độ dòng điện

Chọn cường độ dòng điện căn cứ vào tính chất dung dịch. Nếu mật độ dòng điện giới hạn trên cho phép lớn, dùng cường độ dòng điện lớn, thông thường dùng trong phạm vi 0,5 – 3 A, xét ảnh hưởng của tạp chất dùng dòng điện 0,5 – 1 A, mạ crôm bóng dùng dòng điện 5 A, mạ crôm cứng dùng dòng điện 6 – 10 A.

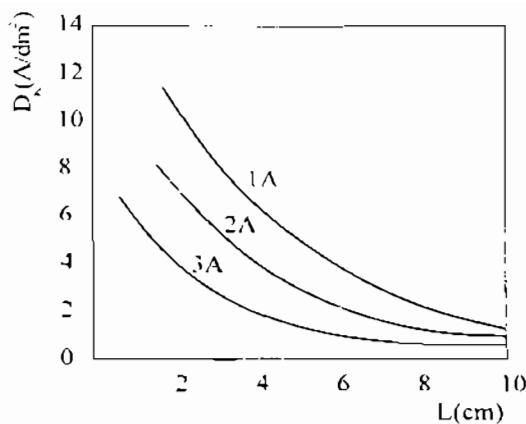
(4) Nhiệt độ thời gian và thí nghiệm

Để so sánh, thời gian thí nghiệm Hull phải chính xác. Căn cứ vào từng loại dung dịch, thời gian thí nghiệm 5 – 10 phút, cường độ dòng điện lớn thì thời gian giảm.

Nhiệt độ thí nghiệm giống như trong sản xuất. Phương pháp không chè nhiệt độ bằng cách gia nhiệt dung dịch trước, rồi cho vào bể Hull, khi nhiệt độ cao hơn 0,5°C thì bắt đầu thí nghiệm. Nếu có điều kiện lắp thêm hệ thống già nhiệt được không chè tự động và có ống thổi khí để khuấy trộn dung dịch.

4. Sự phân bố

Tren bể Hull, cự ly giữa anôt và catôt không giống nhau, do đó phân bố dòng điện ở các bộ phận không đồng đều. Mật độ dòng điện catôt ở gần anôt lớn, ở chỗ khác thì nhỏ. Sự phân bố dòng điện trên catôt xem hình 21.3. Số liệu mật độ dòng điện phân bố trên catôt xem bảng 21 – 3 và 21 – 4.



Hình 21.3. Quan hệ giữa mật độ dòng điện với các điểm trên catôt của bể Hull 250 ml

Bảng 21 – 3. Sự phân bố dòng điện của bể Hull 250 ml

Khoảng cách đèn chô mật độ dòng điện cao (cm)	$Mật độ dòng điện D_K = I K_1 (A/dm^2)$					
	K_1	$I = 1A$	$I = 2A$	$I = 3A$	$I = 4A$	$I = 5A$
1	5,1	5,1	10,2	15,3	20,4	25,5
2	3,5	3,5	7	10,5	14	17,5
3	2,9	2,9	5,8	8,7	11,6	14,5
4	1,9	1,9	3,8	5,7	7,6	9,5
5	1,4	1,4	2,8	4,2	5,6	7
6	1,02	1,02	2,04	3,06	4,08	5,1
7	0,67	0,67	1,34	2,01	2,68	3,35
8	0,37	0,37	0,74	1,11	1,48	1,85
9	0,1	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5

Bảng 21 – 4. Sư phân bố dòng điện của bể Hull 1000 ml

Khoảng cách đèn chô mật độ dòng điện cao (cm)	$Mật độ dòng điện D_K = I K_2 (A/dm^2)$						
	K_2	$I = 2A$	$I = 4A$	$I = 6A$	$I = 8A$	$I = 10A$	$I = 15A$
1	3,26	6,5	13	19,6	26,1	32,6	48,9
2	2,34	4,7	9,4	14	18,7	23,4	35,1
3	1,81	3,6	7,2	10,9	14,6	18,1	27,3
4	1,42	2,8	5,7	8,5	11,4	14,2	21,3
5	1,13	2,3	4,5	6,8	9	11,3	17
6	0,887	1,8	3,5	5,3	7,1	8,8	13,3
7	0,683	1,4	2,7	4,1	5,5	6,8	10,2
8	0,506	1	2	3	4,6	5,1	7,6
9	0,35	0,7	1,4	2,1	2,8	3,5	5,3
10	0,21	0,4	0,8	1,3	1,7	2,1	3,2
11	0,084	0,17	0,23	0,5	0,67	0,8	1,3
11.5	0,025	0,05	0,1	0,15	0,2	0,25	0,38

Từ hình vẽ 21.3, bảng 21 – 3, 21 – 4 thấy sự khác nhau của mật độ dòng điện catôt hai đấu rất lớn, bể 250 ml sự khác nhau 50 lần, bể 1000 ml sự khác nhau 130 lần. Điều đó có thể đánh giá chất lượng lớp mạ ở mật độ dòng điện khác nhau trên cùng một catôt, từ đó tìm ra phạm vi mật độ dòng điện sử dụng cho phép.

Mật độ dòng điện các điểm trên catôt, qua thí nghiệm nhiều lần có thể tính toán theo công thức sau:

$$\text{Bể Hull 250 ml: } D_K = I(5,1 - 5,24) \log L = IK_1$$

$$\text{Bể Hull 1000 ml: } D_K = I(5,1 - 5,24) \log L = IK_2$$

Trong đó: D_K : Mật độ dòng điện ở điểm nào đó trên catôt (A/dm^2);

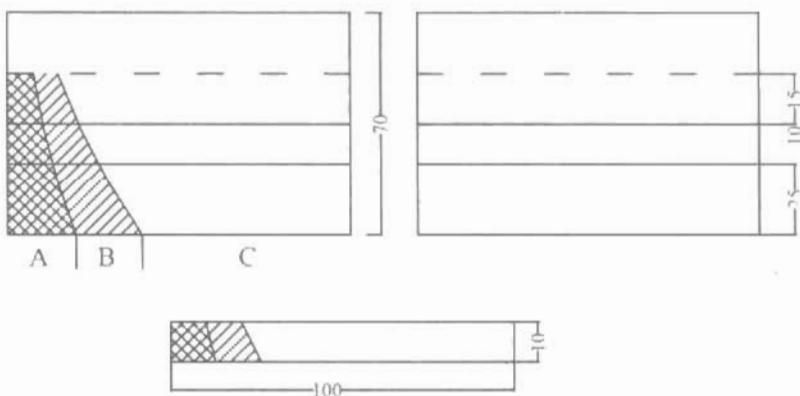
I: Cường độ dòng điện (A);

L: Khoảng cách điểm nào đó đến điểm gần trên catôt (cm).

Phạm vi ứng dụng công thức khi $L = 0,635 - 8,255$ cm. Công thức trên là kết quả bình quân mạ thí nghiệm ở cường độ dòng điện khác nhau của bốn loại dung dịch thường dùng (mạ đồng axit, mạ никen, mạ kẽm xianua, mạ cacđimi xianua). Do khả năng dẫn điện và sự phân cực không giống nhau, nên mật độ dòng điện tính ra là gần đúng.

5. Phương pháp đánh giá bề mặt lớp mạ trên catôt

Lúc thí nghiệm thấy rằng, ở cùng một khoảng cách cự ly nhất định trên catôt thì ở độ cao khác nhau, chất lượng lớp mạ không giống nhau. Căn cứ vào kinh nghiệm thực tế hai đường vạch ngang trung tâm ở catôt là kết quả thí nghiệm (hình 21.4).



Hình 21.4. Chọn kết quả thí nghiệm trên catôt

A. Phần thô cháy đen; B. Phần xám; C. Phần bóng

Để ghi lại kết quả thí nghiệm trên mẫu, có thể dùng ký hiệu để hiển thị, xem hình 21.5. Những ký hiệu này còn chưa rõ có thể ghi thuyết minh ở dưới.

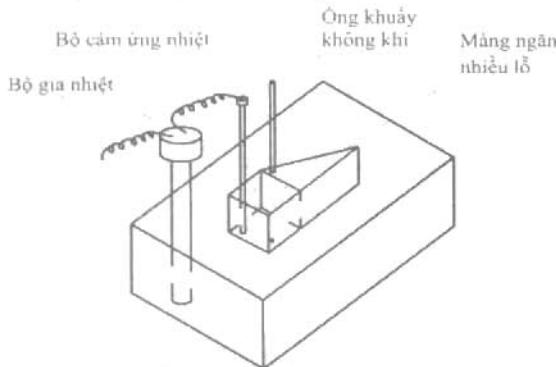
Ngoài việc vẽ, thuyết minh một số mẫu tiêu biểu có thể quét sơn để bảo vệ lâu dài, tra cứu khi cần thiết.



Hình 21.5. Kí hiệu các dạng lớp mạ

6. Bể Hull dùng cho mạ quay

Bể Hull cải tiến dùng cho mạ quay có đặc điểm giống như mạ quay (hình 21.6), ở đoạn gần với mâu catôt bể Hull đặt một tấm có nhiều lỗ, đường kính và số lỗ theo thực tế sử dụng mà quyết định, ở phần dưới catôt, đặt một ống khuấy không khí theo catôt. Để giống như đặc điểm mạ quay, ở cạnh và đáy bộ phận anôt bể Hull có khoan một số lỗ ($\phi 10$ mm), ở bộ phận cạnh với đáy gần catôt khoan lỗ nhỏ. Số lỗ và đường kính lỗ theo thực tế sử dụng mà quyết định. Cuối cùng bể thí nghiệm Hull đặt trong bể lớn, như vậy có thể tiến hành thí nghiệm. Nếu cần gia nhiệt, thiết bị gia nhiệt đặt trong thùng lớn, thiết bị đo nhiệt đặt ở cạnh anôt trong bể Hull.



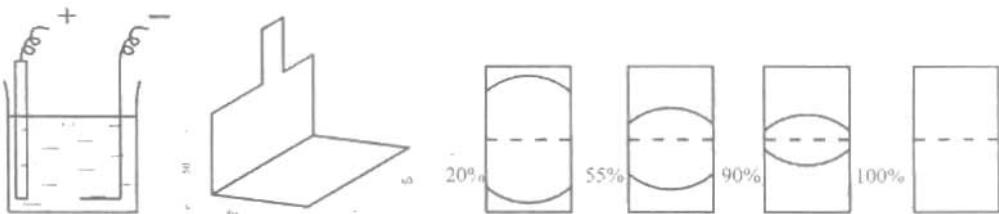
Hình 21.6. Bể Hull dùng cho mạ quay

III. PHƯƠNG PHÁP ĐO KHẢ NĂNG CHE PHÙ

1. Phương pháp catôt thẳng góc

Hình dạng và kích thước xem hình vẽ 21.7. Nguyên liệu là thép mềm hoặc đồng dày 0,2 mm. Anôt là tấm phẳng nguyên liệu giống như dùng trong sản xuất. Khi thí nghiệm, mặt sau catôt cần phải cách điện, catôt cho ngập vào dung dịch và làm cho mặt thẳng góc hướng về phía anôt, thời gian mạ 30 phút, mật độ dòng điện $1 - 3 \text{ A/dm}^2$.

Sau khi thí nghiệm làm phẳng catôt, sau dùng tăm thùy tinh hữu cơ có khắc vạch (trên đó vạch 50 vạch), đánh giá phần trâm diện tích bề mặt có lớp mạ, ở bề mặt catôt. Phương pháp này chỉ đánh giá dung dịch có khả năng phân bố thấp, thí dụ dung dịch mạ crôm.

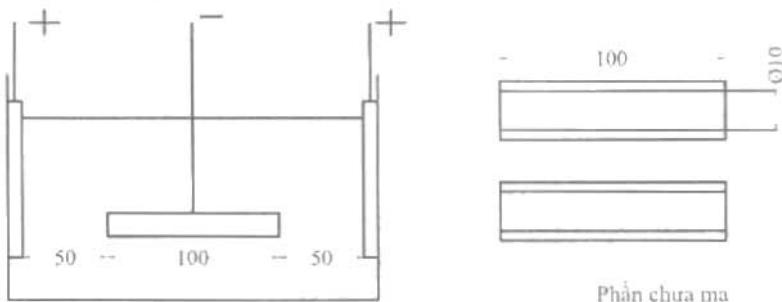


Hình 21.7. Phương pháp catôt thẳng góc

2. Phương pháp lỗ trong

Phương pháp này dùng catôt trụ trong có lỗ. Đường kính lỗ trong $\phi 10 \times 50$ (mm) hoặc $\phi 10 \times 100$ (mm), nguyên liệu là ống thép cacbon thấp, ống đồng hoặc đồng kẽm.

Sơ đồ lắp đặt thí nghiệm xem hình 21.8. Khi dùng mẫu ngắn có thể đặt anôt một bên. Lúc thí nghiệm, đặt catôt nằm ngang trong bể, hai đầu catôt thẳng góc với anôt, thông thường mạ thời gian 10 – 50 phút.



Hình 21– 8. Phương pháp mạ lỗ trong

Sau khi thí nghiệm mạ xong tẩy nhẹ trong dung dịch thích hợp 2 – 5 giây (thí dụ mạ kẽm xử lý trong dung dịch thụ động 5 giây, để trong không khí 5 giây, sấy khô) rồi cắt mẫu theo chiều dọc, quan sát độ dài lớp mạ trong lỗ, có thể đánh giá khả năng che phủ lớp mạ (thông thường hiển thị bằng tỷ số độ sâu mạ được và đường kính lỗ). giá trị càng lớn thì khả năng che phủ càng tốt.

Chương 22

KIỂM TRA CHẤT LƯỢNG CÁC LỚP MẠ

I. KIỂM TRA BỀ MẶT LỚP MẠ

Kiểm tra bề mặt ngoài lớp mạ là phương pháp thường dùng để kiểm tra chất lượng lớp mạ. Dùng mắt để kiểm tra có thể phân làm ba loại: loại đạt chất lượng, loại phải làm lại và loại phế phẩm.

Chi tiết có lớp mạ không đạt chất lượng bao gồm những chi tiết phải tẩy đi mạ lại và loại không cần tẩy lớp mạ mà thêm một số nguyên công nữa (như đánh bóng lại v.v.).

Bề mặt ngoài lớp mạ không cho phép chàm kim, điểm rỗ, bong, cháy, tối, không có kết tủa dạng bọt biển, nhánh cây, phải phủ đều lớp mạ trên toàn bộ bề mặt. Lớp mạ phải có độ bóng đẹp, màu sắc phù hợp, độ mĩ quan phù hợp với yêu cầu sử dụng.

Cần cứ vào yêu cầu sử dụng của lớp mạ mà chọn những chi tiết đạt chất lượng. Đối với lớp mạ bảo vệ trang trí, chọn những chi tiết không ảnh hưởng tới bề mặt ngoài. Đối với lớp mạ bảo vệ, phải chọn những chi tiết có tính năng chống gỉ phù hợp với yêu cầu, bao gồm cả những chi tiết có khuyết điểm nhỏ, không làm giảm tính năng ăn mòn. Ví dụ: vết xước nhỏ, trên bộ phận thứ yếu có vết giá treo nhỏ, sau khi thụ động có vết không rõ ràng v.v.

Chi tiết phế phẩm bao gồm: chi tiết bị ăn mòn nhiều, chi tiết có khuyết tật về cơ khí, chi tiết hàn, đúc có nhiều lỗ hở lớn, chi tiết bị va chạm doanh mạch gãy sét lớn v.v.

II. KIỂM TRA ĐỘ BÁM CHẮC LỚP MẠ

Độ bám chắc lớp mạ không tốt, nguyên nhân chủ yếu do khâu chuẩn bị bề mặt trước khi mạ không tốt. Ngoài ra độ bám chắc còn chịu ảnh hưởng của thành phần dung dịch, chế độ làm việc, hệ số nở nhiệt giữa kim loại nền và lớp mạ.

Có nhiều phương pháp để kiểm tra độ bám chắc lớp mạ với kim loại nền. Phương pháp kiểm tra độ bám chắc dựa trên cơ sở sự khác nhau của tính năng cơ khí vật lý của lớp mạ và kim loại nền, tức là mẫu mạ chịu tác dụng trực tiếp của ngoại lực, nhiệt độ gay ném sự biến dạng không đồng đều. Chọn phương pháp nào phải căn cứ vào từng chi tiết và kim loại mạ.

1. Thí nghiệm uốn cong

Mẫu mạ kẹp trên éto, uốn cong ứ cong lại nhiều lần, đến khi mẫu mạ đứt rời ra, lớp mạ không bị bong hoặc phồng đại 4 lần để kiểm tra lớp mạ vẫn bám chắc với kim loại nền.

Dây kim loại mạ có đường kính dưới 1cm, quấn quanh trực có đường kính gấp 3 lần đường kính dây, thành 10 – 15 vòng kín khít, lớp mạ không có hiện tượng bong.

2. Thí nghiệm dũa

Mẫu mạ kẹp trên ôtô, dùng dũa để dũa đi cạnh lớp mạ. Bề mặt dũa tạo thành góc 45° với bề mặt lớp mạ đến khi kim loại nén lò ra, lớp mạ không bị bong.

3. Thí nghiệm vạch

Dùng dao nhọn vạch ngang, dọc trên bề mặt lớp mạ, cho tới khi kim loại nén lò ra, số lượng vạch, cự ly giữa các vạch không hạn chế, quan sát lớp mạ không có hiện tượng bong.

4. Thí nghiệm già nhiệt

Chi tiết mạ đưa vào tủ sấy hoặc lò nung, già nhiệt thời gian 0.5 – 1 giờ, sau đó làm nguội trong nước ở nhiệt độ thường, lớp mạ không bị bong, rộp

Nhiệt độ thí nghiệm xem bảng 22 – 1.

Bảng 22 – 1. Nhiệt độ thí nghiệm già nhiệt

<i>Lớp mạ</i> <i>Kim loại nén</i>	<i>Cróm, nikén, đồng, nikén + cróm, thiếc + nikén</i>	<i>Thiếc, chì Chì + thiếc</i>
Thép	300 ± 10	150 ± 10
Đồng và hợp kim đồng	250 ± 10	150 ± 10
Hợp kim kẽm	150 ± 10	150 ± 10
Nhôm và hợp kim nhôm	220 ± 10	150 ± 10

5. Kiểm tra chất lượng lớp mạ trên nhựa

Kiểm tra chất lượng lớp mạ trên nhựa chủ yếu kiểm tra độ bám chắc và ổn định nhiệt.

(1) Kiểm tra độ bám chắc

Kiểm tra độ bám chắc bằng phương pháp bóc và phương pháp kéo. Phương pháp bóc là: trên bề mặt đầu mẫu chất dẻo, vạch đường có độ rộng nhất định và lật lên một đầu, kéo lớp mạ theo đường thẳng góc với tám mẫu chất dẻo. Lực bóc lớp mạ có đơn vị tính kg/cm. Phương pháp kéo là: trên bề mặt tám mẫu chất dẻo, vạch ra vùng có diện tích nhất định, dùng đầu kẹp để kéo lớp mạ. Lực kéo đo được khi kéo lớp mạ, đơn vị tính kg/cm².

(2) Kiểm tra tính ổn định nhiệt

Do hệ số nở nhiệt của lớp mạ và chất dẻo khác nhau rất lớn, khi nhiệt độ thay đổi sinh ra ứng lực hoặc làm giảm độ bám chắc giữa lớp mạ và kim loại. Tính ổn định nhiệt phụ thuộc rất lớn vào độ dày và tính chất lớp mạ.

a) Thí nghiệm độ ngọt thay đổi nhiệt độ

Thí nghiệm sự thay đổi nhiệt độ trong phạm vi quy định. Thay đổi nhiệt độ của lớp mạ trên chất dẻo, quan sát ở phạm vi nhiệt độ này là sự phá hỏng bề mặt và làm giảm độ bám chắc. Khi thí nghiệm dùng phạm vi nhiệt độ cao, thấp, số lần thí nghiệm, căn cứ vào điều kiện sử dụng và môi trường sử dụng mà áp dụng. Ví dụ: thí nghiệm chi tiết chất dẻo mạ của ôtô như sau:

- Đặt trong tủ sấy 85°C , thời gian 1 giờ.
- Đặt ở nhiệt độ thường, thời gian 15 phút.
- Đặt trong tủ lạnh -40°C , thời gian 1 giờ.
- Đặt ở nhiệt độ thường, thời gian 15 phút.

Qua 4 lần như vậy, nếu độ bám chắc vẫn tốt thì lớp mạ đạt yêu cầu.

b) *Thí nghiệm chịu nhiệt*

Thí nghiệm lớp mạ trên chất dẻo chịu nhiệt độ cao nhất, chi tiết đưa vào tủ sấy đằng nhiệt, gia nhiệt đến nhiệt độ nhất định, thời gian 2 giờ quan sát hiện tượng bong, rộp của lớp mạ. Nếu chi tiết không có gì thay đổi tiếp tục tăng nhiệt 5°C .

Tiếp tục thí nghiệm nhiều lần đến khi phá hủy lớp mạ, ta được nhiệt độ cao nhất mà lớp mạ chịu được.

III. KIỂM TRA ĐỘ DÀY LỚP MẠ

Độ dày lớp mạ là nhân tố quan trọng đánh giá chất lượng lớp mạ, ảnh hưởng rất lớn đến độ bền sử dụng. Độ dày lớp mạ có thể xác định bằng hai phương pháp: phương pháp hóa học và phương pháp vật lý. Phương pháp hóa học bao gồm: phương pháp đo dòng chảy, phương pháp hòa tan, phương pháp nhỏ giọt và phương pháp điện lượng. Phương pháp vật lý bao gồm: phương pháp trọng lượng, phương pháp đo trên máy, phương pháp kim tương v.v.

Sau đây giới thiệu phương pháp đo từ tính.

1. Phương pháp đo từ tính

Máy đo độ dày lớp mạ từ tính chỉ đo độ dày lớp mạ phi từ tính trên nền kim loại có từ tính. Sai số phép đo là 10%, độ dày lớp mạ không nhỏ hơn $1,5 \mu\text{m}$. Đây là phương pháp đo không phá hủy lớp mạ được dùng rộng rãi nhất.

(1) Máy đo

Khi đo cho phép sai số $\pm 10\%$.

(2) Các bước đo và chú ý sự cẩn thận

- Khi đo hiệu chỉnh và thao tác theo cơ bản thuyết minh của máy.
- Mỗi một máy đo, kim loại nền đều có độ dày giới hạn. Nếu kim loại nền nhỏ hơn độ dày giới hạn, khi đo cần có tấm đệm nguyên liệu giống tấm mẫu, làm sao số đọc ra không có quan hệ với độ dày kim loại nền.
- Nói chung không nên đo ở chỗ cong, chỗ gần biên. Nếu cần đo ở những vị trí này cần phải hiệu chuẩn đặc biệt, để tìm ra hệ số hiệu chuẩn.
- Khi đo bề mặt thô, cần phải đo nhiều lần ở những điểm khác nhau, sau lấy giá trị trung bình làm độ dày trung bình lớp mạ hoặc tiến hành hiệu chuẩn trên bề mặt kim loại chưa mạ có trạng thái bề mặt giống nhau.
- Khi đo, đầu đo cần phải thẳng góc với bề mặt mẫu.
- Khi đo độ dày lớp mạ chì hoặc hợp kim chì, đầu đo bị lớp mạ bám dính. Nếu có hiện tượng trên, bôi lớp dầu mỏng trên lớp mạ để tránh, nhưng không được áp dụng đối với lớp mạ khác.

– Lớp mạ Ni – P hóa học có 8% P trở lên là lớp mạ phi từ tính nhưng sau khi nhiệt luyện lại trở thành lớp mạ có từ tính. Vì vậy, phải đo độ dày lớp mạ trước khi nhiệt luyện. Nếu đo lớp mạ sau khi nhiệt luyện cần phải tiến hành hiệu chuẩn trên mẫu tiêu chuẩn đã qua nhiệt luyện.

– Độ dày lớp mạ nhỏ hơn 5 μm, cần phải đo nhiều lần để được kết quả chính xác.

IV. KIỂM TRA ĐỘ BỀN ĂN MÒN LỚP MẠ

1. Khái niệm

Phương pháp kiểm tra độ bền ăn mòn lớp mạ gồm cả thí nghiệm ăn mòn để ngoài trời và thí nghiệm tăng tốc độ ăn mòn. Kết quả thí nghiệm ăn mòn ngoài trời là căn cứ tiêu chuẩn để đánh giá độ dày lớp mạ. Thí nghiệm tăng tốc độ ăn mòn để kiểm tra nhanh chất lượng lớp mạ. Nhưng bất kỳ thí nghiệm tăng tốc độ ăn mòn nào cũng không đại diện được cho ăn mòn thực tế để ngoài trời. Kết quả thí nghiệm chỉ cung cấp số hiệu tương đối.

Phương pháp làm tăng tốc độ ăn mòn gồm có: thí nghiệm phun nước muối trung tính, thí nghiệm phun nước muối có axit axetic, thí nghiệm phun nước muối có muối đồng và axit axetic, cao ăn mòn, thí nghiệm SO_2 , thí nghiệm ăn mòn điện phân v.v.

2. Thí nghiệm ăn mòn phun nước muối

(1) *Thí nghiệm phun nước muối*

Can cứ vào thành phần dung dịch khác nhau, thí nghiệm phun nước muối phân thành các loại: thí nghiệm phun nước muối trung tính (NSS), thí nghiệm phun nước muối có axit axetic (ASS) và thí nghiệm phun nước muối có muối đồng và axit axetic (CASS). Phương pháp thí nghiệm NSS sử dụng rộng rãi, chu kỳ dài. Thí nghiệm ASS là thí nghiệm tăng tốc tối. Thí nghiệm CASS là phương pháp tăng tốc độ ăn mòn cho lớp mạ đồng – nikén – crôm hoặc nikén – crôm.

(2) *Pha chế dung dịch nước muối*

Khi pha chế dung dịch nước muối phải dùng nước cất hoặc nước trao đổi ion. Tổng hàm lượng tạp chất trong nước NaCl không vượt quá 0,4%. Pha chế dung dịch NSS có $\text{pH} = 6 - 7$. Điều chỉnh pH bằng NaOH hoặc HCl tinh khiết.

Dung dịch NSS cho thêm CH_3COOH , dùng CH_3COOH hoặc NaOH điều chỉnh $\text{pH} = 3.1 - 3.3$ được dung dịch ASS.

Dung dịch CASS và ASS có pH giống nhau, chỗ khác nhau là dung dịch CASS cho thêm $0.26 \pm 0.02 \text{ g/l CuCl}_2\text{H}_2\text{O}$ để làm tăng tốc độ ăn mòn và nâng cao nhiệt độ $50 \pm 2^\circ\text{C}$.

Để loại trừ lầm lẫn với phun, trước khi thí nghiệm cần lọc dung dịch. Dung dịch phun chỉ sử dụng một lần.

(3) *Thiết bị thí nghiệm phun*

Cần chọn thí nghiệm phun phù hợp với tiêu chuẩn. Thể tích thùng phun không nhỏ hơn 0.2 m^3 . Thiết bị phun bao gồm vòi phun muối, buồng phun muối và thùng đựng nước muối. Nguyên liệu làm thùng thí nghiệm không ảnh hưởng đến tính năng ăn

mòn của muối, không được phun trực tiếp lên trên mẫu, giọt dung dịch muối ngừng đọng ở phía nắp thùng không được đọng lại trên mẫu. Khi sử dụng buồng phun phải điều chỉnh tốt lượng muối lắng xuống và xác định theo phương pháp dưới đây:

Trong vùng muối, đặt hai ống thu sạch, ống thu là hai ống có khắc độ, đường kính 10 cm, nối với phần dẫn vào. Diện tích ống thu là 80 cm². Khi lắp, một đầu gần vòi phun, một đầu xa vòi phun. Lượng thu được là mù muối (là muối ở dạng sương mù) không phải là chất lỏng rơi xuống từ mẫu mà hoặc ở các bộ phận khác của thùng. Phun nước muối liên tục trong 8 giờ, tính toán số ml lắng xuống thu được trong 1 giờ với diện tích ống thu 80 cm². Kết quả thu được khi tốc độ phun và nồng độ chất thu phải bao gồm trong phạm vi quy định theo bảng 22 – 2. Phương pháp phun liên tục, chu kỳ phun xem bảng 22 – 2.

Bảng 22 – 2. Chế độ thí nghiệm phun các loại nước muối

<i>Điều kiện</i>	<i>Phun nước muối trung tính</i>	<i>Phun nước muối có axit axetic</i>	<i>Phun nước muối có muối đồng và axit axetic</i>
Dung dịch muối	NaCl 50 ± 5 g/l	NaCl 50 ± 5 g/l, cho CH ₃ COOH điều chỉnh pH	NaCl 50 ± 5 g/l, CuCl ₂ ·2H ₂ O 0,26 ± 0,02 g/l, cho CH ₃ COOH điều chỉnh pH
pH	6,5 – 7,2	3,2 ± 0,1	3,2 ± 0,1
Nhiệt độ °C	35 ± 2	35 ± 2	50 ± 2
Phương thức phun	Liên tục	Liên tục	Liên tục
Nước muối lắng xuống	1,5 ± 0,5 ml/h 80 cm ²	1,5 ± 0,5 ml/h 80 cm ²	1,5 ± 0,5 ml/h 80 cm ²
Dung dịch muối thu được	NaCl 50 ± 10 g/l pH = 6,5 – 7,2	NaCl 50 ± 10 g/l pH = 3,2 ± 0,1	NaCl 50 ± 10 g/l pH = 3,2 – 0,1

(4) Yêu cầu và bố trí mẫu

a) Số lượng chi tiết quy định là 3 cái. Trước khi thí nghiệm cần phải rửa sạch. Phương pháp rửa tùy theo chất bẩn bám trên bề mặt mà quyết định. Không được sử dụng hạt mài và dung môi là chất ăn mòn bề mặt.

b) Vị trí đặt mẫu trong thùng phun, so với phương thẳng góc làm thành góc 15° – 30°.

c) Khi thí nghiệm mẫu không được tiếp xúc với nhau, cũng không được va chạm với thành thùng cự ly giữa các mẫu làm sao cho mù muối (muối ở dạng sương mù) được lắng xuống trên bề mặt chủ yếu của mẫu. Dung dịch muối trên mẫu không được đọng lại trên bề mặt mẫu khác.

d) Giá để mẫu làm bằng phi kim loại như thủy tinh, chất dẻo v.v. Nếu cần trên mẫu, nguyên liệu giá treo không được dùng kim loại, phải dùng phi kim loại dung dịch trên giá mới không rơi vào bể mài mẫu.

d) Sau khi thí nghiệm kết thúc, để khô tự nhiên 0,5 – 1 giờ, sau đó rửa nhẹ để loại bỏ muối còn lắng đọng trên mẫu, phun không khí nén, kiểm tra đánh giá cấp sản phẩm.

(5) Đánh giá kết quả thí nghiệm ăn mòn

Kết quả thí nghiệm ăn mòn có thể được đánh giá theo cấp bảo vệ, quan hệ giữa cấp bảo vệ với diện tích ăn mòn %, xem bảng 22 – 3.

Bảng 22 – 3. Quan hệ giữa cấp bảo vệ với diện tích ăn mòn %.

Cấp	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0
diện tích ăn mòn %	Không có	< 0,1	0,1 – 0,25	0,25 – 0,5	0,5 – 1	1 – 2,5	2,5 – 5	5 – 10	10 – 25	25 – 50	> 50

V. ĐO ĐỘ XỐP LỚP MẠ

Số lỗ lớn nhỏ trên bề mặt lớp mạ đến kim loại nền gọi là lỗ xốp. Số lượng lỗ xốp ảnh hưởng đến tính năng bảo vệ lớp mạ, là chỉ tiêu quan trọng đánh giá chất lượng lớp mạ.

Có nhiều phương pháp để đo độ xốp: phương pháp quét lên lớp mạ, phương pháp dán giấy lọc, phương pháp ngâm.

1. Phương pháp dán giấy lọc

Phương pháp dán giấy lọc để xác định độ xốp lớp mạ một lớp hoặc nhiều lớp đồng, nikten, crôm, nikten – crôm, đồng – nikten, đồng – nikten – crôm trên sắt thép và hợp kim đồng.

Quy trình kiểm tra:

Bề mặt mẫu phải tẩy sạch dầu mỡ, dùng nước cát rửa sạch, để khô. Nếu lấy vật mạ ở trong bể ra không cần phải tẩy dầu. Dán giấy lọc có thấm dung dịch lên bề mặt vật mạ, thành phần dung dịch và điều kiện xác định xem bảng 22 – 4. Sau đó rửa sạch, để khô trên tấm thủy tinh sạch.

Để làm hiện rõ lỗ xốp có thể nhỏ trên giấy lọc dung dịch $K_3Fe(CN)_6$ 4%, khi có lỗ xốp trên nền sắt xuất hiện màu xanh, trên nền đồng và hợp kim đồng xuất hiện màu nâu đỏ. Rửa sạch, đặt trên tấm thủy tinh, sấy khô.

Cách tính lỗ xốp: Dưới ánh sáng ban ngày hay đèn, quan sát các điểm có màu trên lớp mạ. Đặt tấm thủy tinh hữu cơ có vạch 1 cm^2 , sau đó đổi chiếu với toàn bộ số lỗ đếm được. Cân cứ vào diện tích giấy lọc tiếp xúc với bề mặt lớp mạ mà tính toán số lỗ trên 1 cm^2 , đó là độ xốp lớp mạ.

**Bảng 22 – 4. Điều kiện xác định và thành phần dung dịch
phương pháp dán giấy lọc**

Lớp mạ	Kim loại nền hoặc lớp trung gian	Thành phần dung dịch	Hàm lượng (g/l)	Thời gian (phút)	Đặc điểm lõi xốp
Crôm	Thép	K ₄ Fe(CN) ₆	10	10	Điểm màu xanh – lõi xốp đến nền sắt thép.
Niken – crôm		NH ₄ Cl	30		
Niken – đồng – crôm		NaCl	60		
Crôm – nikен – crôm	Đồng và hợp kim đồng	Như trên	Như trên	Như trên	
Niken	Đồng và hợp kim đồng	K ₃ Fe(CN) ₆ NaCl	10 20	5 – 10	
Đồng – nikен Niken – đồng – nikен	Thép	K ₃ Fe(CN) ₆	10 20	10	
Đồng	Thép	K ₃ Fe(CN) ₆ NaCl	10 20	20	
Đồng thiếc	Thép	K ₃ Fe(CN) ₆ NaCl	40 15	60	
Thiếc	Thép	K ₃ Fe(CN) ₆ K ₄ Fe(CN) ₆ NaCl	10 10 60	5	

Chương 23

PHÂN TÍCH DUNG DỊCH MẶ

I. PHÂN TÍCH DUNG DỊCH MẶ KẼM

1. Phân tích dung dịch muối amôn

(1) Phân tích kẽm

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 1 ml dung dịch mặ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 30 – 40 ml nước, 25 ml dung dịch đậm pH = 10, cho vài giọt chất chỉ thị Eriochrôm black T, dùng dung dịch EDTA 0,05 M để chuẩn, dung dịch từ màu tím thành màu xanh da trời là điểm kết thúc.

b) Tính toán

$$\text{ZnCl}_2(\text{g/l}) = \frac{\text{M} \times \text{V} \times 0,1364 \times 1000}{1}$$

Trong đó:

M: Nồng độ phân tử gam dung dịch EDTA

V: Số ml dung dịch EDTA tiêu hao.

c) Chú ý

- Phương pháp này dùng để phân tích dung dịch có ít tạp chất.
- Sau khi kết thúc màu hệ phải làm lạnh, nếu không điểm kết thúc không rõ.
- Tốc độ chuẩn nhanh tốt.
- Có thể dùng Na₄P₂O₇ hoặc NH₄F để che lấp sát sau đó dùng EDTA để chuẩn.

(2) Phân tích NH₄Cl

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 1ml dung dịch mặ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 50 ml nước, 2 ml Na₂CrO₄ 1%, dùng dung dịch AgNO₃ 0,1N để chuẩn, dung dịch từ màu vàng chuyển thành màu hơi đỏ là điểm kết thúc.

b) Tính toán

$$\text{NH}_4\text{Cl}(\text{g/l}) = \frac{\text{N} \times \text{V} \times 0,0535 \times 1000}{1}$$

Trong đó:

N: Nồng độ đương lượng dung dịch AgNO_3

V: Số ml dung dịch AgNO_3 tiêu hao.

(3) Phân tích H_3BO_3

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 1 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 25 ml dung dịch hỗn hợp glicerin, lắc đều, dùng dung dịch NaOH 0,1 N để chuẩn, cho đến khi xuất hiện màu hơi đỏ là điểm kết thúc.

b) Tính toán

$$\text{H}_3\text{BO}_3 (\text{g/l}) = \frac{N \times V \times 0,06184 \times 1000}{1}$$

Trong đó:

N: Nồng độ đương lượng dung dịch NaOH

V: Số ml dung dịch NaOH tiêu hao.

2. Phân tích dung dịch mạ kẽm axit – phân tích liên hợp kẽm – nhôm

(1) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 1 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 9 ml nước và cho chính xác 40 ml EDTA 0,05 M, 15 ml dung dịch đệm pH = 5,4, đun sôi 2 phút, để nguội cho 2 giọt chất chí thi $\text{C}_{11}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{N}_2\text{SNa}_4$, 0,2% (nếu dung dịch có màu vàng nâu cho thêm 1 – 2 giọt HCl). Dùng dung dịch kẽm tiêu chuẩn 0,05 M để chuẩn, đến khi có màu tím đỏ là điểm kết thúc (V_1 ml). Cho vào dung dịch 1,5 g NH_4F , gia nhiệt đến sôi, để nguội (nếu dung dịch có màu đỏ da cam, cho 1 – 2 giọt HCl , chuẩn đến màu vàng). Dùng dung dịch kẽm tiêu chuẩn 0,05M để chuẩn đến màu tím đỏ (V_2 ml).

Lấy 10 ml nước cất, cho chính xác 40 ml EDTA 0,05M, 15 ml dung dịch đệm, đun sôi 2 phút để nguội, cho 2 giọt chất chí thi $\text{C}_{11}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{N}_2\text{SNa}_4$. Dùng dung dịch kẽm tiêu chuẩn 0,05M để chuẩn đến khi có màu tím đỏ (V_3 ml).

(2) Tính toán

$$a) \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O} (\text{g/l}) = \frac{N \times V_2 \times 0,3332 \times 1000}{1}$$

$$b) \text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} (\text{g/l}) = (V_3 - V_2 - V_1) M \times 287,56$$

Trong đó: M: Nồng độ phân tử gam kẽm tiêu chuẩn.

(3) Chú ý

- Phương pháp này không sử dụng được khi dung dịch mạ có hàm lượng sắt cao.
- Dung dịch đệm pH = 5,4: Cân 40 g Urotropin, cho 100 ml nước, 10 ml HCl đặc.

3. Phân tích dung dịch mạ kẽm xianua

(1) Phân tích kẽm

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 2ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 100 ml nước, cho 0.2 g axit ascorbic (Vitamin C), lắc đều, cho 15 ml dung dịch đậm, vài giọt chàm chỉ thị Eriochromi T, 10 ml dung dịch HCHO 1 : 9 lắc đều. Lúc này dung dịch có màu đỏ, lập tức dùng EDTA để chuẩn đến khi có màu xanh da trời. Cho tiếp 10 ml dung dịch HCHO 1 : 9, nếu dung dịch có màu đỏ, dùng EDTA 0,05M để chuẩn đến khi có màu xanh da trời là điểm kết thúc.

b) Tính toán

$$Zn(g/l) = \frac{M \times V \times 0,0654 \times 1000}{2}$$

Trong đó:

M: Nồng độ phán tử gam dung dịch EDTA

V: Số ml dung dịch EDTA tiêu hao

(2) Phân tích tổng hàm lượng xianua

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 10 ml dung dịch mạ cho vào bình định mức 100 ml, cho 50 ml nước, cho từng giọt PbCO₃ bão hòa đến khi xuất hiện kết tủa đen (không cho quá lượng), cho nước đến vạch khắc độ, lắc đều.

Lọc qua giấy lọc khô. Dùng ống hút, hút 10 ml dung dịch lọc này vào bình tam giác 250 ml, cho 90 ml nước, 2 ml KJ 10%, 10 ml NaOH 25%. Dùng dung dịch AgNO₃ 0,1N để chuẩn đến khi bắt đầu đục là điểm kết thúc.

b) Tính toán

$$NaCN (g/l) = \frac{N \times V \times 0,098 \times 1000}{1}$$

Trong đó:

N: Nồng độ đương lượng AgNO₃

V: Số ml dung dịch AgNO₃ tiêu hao

(3) Phân tích tổng hàm lượng NaOH

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 1 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml. Cho dung dịch AgNO₃ 0,1N (số lượng bằng lượng phán tích tổng xianua), cho 10 ml BaCl₂ 10%, cho nước 50 ml, 2 giọt phenolphthalein. Dùng dung dịch HCl 0,1 N để chuẩn đến khi màu đỏ mất đi.

b) *Tính toán*

$$\text{NaOH(g/l)} = \frac{N \times V \times 0,040 \times 1000}{0,5}$$

Trong đó:

N: Nồng độ đương lượng HCl

V: số ml dung dịch HCl tiêu hao

II. PHÂN TÍCH DUNG DỊCH MẠ ĐỒNG

1. Phân tích dung dịch mạ đồng xianua

(1) *Phân tích đồng*

a) *Phương pháp phân tích*

Dùng ống hút, hút 2 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 5 ml H₂SO₄, 6 – 8 giọt H₂O₂, già nhiệt đến khi có khói trắng bay lên, để nguội cho 200 ml nước, cho NH₄OH đến khi có màu xanh da trời nhạt, cho 8 – 10 giọt chỉ thị PAN, dùng dung dịch EDTA 0,05M để chuẩn đến khi có màu xanh lục là điểm kết thúc.

b) *Tính toán*

$$\text{Cu (g/l)} = \frac{M \times V \times 0,06355 \times 1000}{n}$$

$$\text{CuCN (g/l)} = \frac{M \times V \times 0,08955 \times 1000}{n}$$

Trong đó:

M: Nồng độ phân tử gam dung dịch EDTA.

V: số ml dung dịch EDTA tiêu hao

n: Số ml dung dịch mạ.

(2) *Phân tích NaCN tự do*

a) *Phương pháp phân tích*

Dùng ống hút, hút 2 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 40 ml nước, 2 ml KI 10%. Dùng dung dịch AgNO₃ 0,1N để chuẩn đến khi bắt đầu xuất hiện vẩn đục là điểm kết thúc.

b) *Tính toán*

$$\text{NaCN (g/l) tự do} = \frac{N \times V \times 0,098 \times 1000}{2}$$

Trong đó:

N: Nồng độ đương lượng AgNO₃

V: số ml dung dịch AgNO₃ tiêu hao

c) *Chú ý*

Giữ dung dịch lại để phân tích NaOH.

(3) Phân tích NaOH

a) *Phương pháp phân tích*

Trong dung dịch sau khi phân tích NaCN tự do, cho vào 20 ml BaCl₂ 10%, chuyển vào bình định mức 200 ml, cho nước đến vạch khắc độ. Lắc đều, lọc qua giấy lọc. Dùng ống hút, hút 50 ml dung dịch lọc này cho vào bình tam giác 250 ml, cho 50 ml nước, vài giọt phenolphthalein, dùng dung dịch HCl 0.2N để chuẩn đến khi có màu đỏ là điểm kết thúc.

b) *Tính toán*

$$\text{NaOH(g/l)} = \frac{N \times V \times 0,040 \times 1000}{0,5}$$

Trong đó:

N: Nồng độ đương lượng dung dịch HCl

V : số ml dung dịch HCl tiêu hao

2. Phân tích dung dịch mạ đồng axít

(1) Phân tích đồng

a) *Phương pháp phân tích*

Dùng ống hút, hút 2 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 500 ml, cho 8 giọt H₂O₂, 50 ml nước dun sôi để nguội, cho 150 ml nước, 1g NH₄F và 6 giọt triethanolamin, cho NH₄OH đến khi có màu nâu xanh da trời nhạt, cho 10 – 12 giọt chỉ thị PAN, dùng dung dịch EDTA 0,05M để chuẩn đến khi có màu xanh lục là điểm kết thúc.

b) *Tính toán*

Giống như phương pháp chuẩn bằng EDTA phân tích đồng trong dung dịch mạ xianua.

(2) Phân tích H₂SO₄

a) *Phương pháp phân tích*

Dùng ống hút, hút 10 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho tiếp 150 ml nước. Dùng dung dịch NaOH 1N để chuẩn đến khi kết nua sinh ra không mất đi là điểm kết thúc.

b) *Tính toán*

$$\text{H}_2\text{SO}_4(\text{g/l}) = \frac{N \times V \times 0,049 \times 1000}{10}$$

Trong đó:

N: Nồng độ đương lượng dung dịch NaOH

V: Số ml dung dịch NaOH tiêu hao

c) *Chú ý*

Khi chuẩn phải từ từ, đặc biệt khi gần đến điểm kết thúc cần chú ý kết tủa xuất hiện.

3. Phân tích dung dịch mạ đồng piro phôphat

(1) *Phân tích đồng*

a) *Phương pháp phân tích*

Dùng ống hút, hút 1 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 100 ml nước, cho 6 giọt chì chỉ thị PAN. Dùng dung dịch EDTA 0,05M để chuẩn, dung dịch từ màu đỏ đến màu xanh lục là điểm kết thúc.

b) *Tính toán*

$$\text{Cu (g/l)} = M \times V \times 0,0635 \times 1000$$

Trong đó:

M: Nồng độ phân tử gam dung dịch EDTA.

V: Số ml dung dịch EDTA tiêu hao.

(2) *Phân tích tổng gốc piro phôphat*

a) *Phương pháp phân tích*

Dùng ống hút, hút 1 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 300 ml, cho 100 ml nước, vài giọt chất chỉ thị PAN. Dùng dung dịch EDTA 0,05M để chuẩn từ màu đỏ đến màu xanh lục là điểm kết thúc. Sau đó cho 10 – 15 ml CH₃COOH 1N để pH = 3,8 – 4, cho chính xác 25 ml (CH₃COO)₂Zn 0,2M, lúc này dung dịch từ màu xanh lục biến thành màu tím, đun sôi để nguội, rồi cho vào bình định mức 250 ml, cho nước đến vạch khắc độ, lắc đều, lọc qua giấy lọc khô. Lấy chính xác 100 ml dung dịch lọc cho vào bình tam giác 250 ml, cho 10 – 15 ml dung dịch đậm pH = 10. Dùng dung dịch EDTA 0,05M để chuẩn, dung dịch từ màu tím đến màu xanh lục, da cam là điểm kết thúc.

b) *Tính toán*

$$\text{P}_2\text{O}_5^{-4} (\text{g/l}) = \frac{(M_1 V_1 2,5 M_2 V_2) \times 87}{n}$$

Trong đó:

M₁: Nồng độ phân tử gam dung dịch (CH₃COO)₂Zn

V₁: Số ml dung dịch (CH₃COO)₂Zn tiêu hao

M₂: Nồng độ phân tử gam dung dịch EDTA

V₂: Số ml dung dịch EDTA tiêu hao

n: Số ml dung dịch mạ (tức là 1 ml)

c) *Chú ý*

Cho 10 – 15 ml CH₃COOH 1N để điều chỉnh pH, phải dùng giấy đo pH chính xác để đo, muốn có pH = 3,8 – 4 lúc đầu cho 10 ml, sau đó cho dần dần.

III. PHÂN TÍCH DUNG DỊCH MẠ NIKEN

1. Phân tích nikén

(1) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 10 ml dung dịch mạ cho vào bình định mức 100 ml, cho nước đến vạch khắc độ, lắc đều. Hút 10 ml dung dịch loãng này cho vào bình tam giác 250 ml, cho 1g KF, lắc đều để KF hòa tan, cho 30 ml nước, lúc này dung dịch có vẫn đặc do kết tủa MgF_2 sinh ra. Cho tiếp 10 ml dung dịch đậm pH = 10, cho một ít chì thi Murexit, dùng dung dịch EDTA 0,05M để chuẩn, dung dịch từ màu vàng đến màu tím đó là điểm kết thúc.

(2) Tính toán

$$Ni \text{ (g/l)} = M \times V \times 0,0587 \times 1000$$

$$NiSO_4 \cdot 7H_2O \text{ (g/l)} = M \times V \times 0,2808 \times 1000$$

Trong đó:

M: Nồng độ phân tử gam dung dịch EDTA

V: Số ml dung dịch EDTA tiêu hao.

(3) Chú ý

- Khi gần tới điểm kết thúc, tốc độ chuẩn phải chậm, nếu không sẽ cho kết quả cao.
- Không cho chất chì thi nhiều, nếu không điểm kết thúc không rõ ràng.

2. Phân tích H_3BO_3

(1) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 1 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 9 ml nước, 25 ml hỗn hợp glicérin, dùng dung dịch NaOH 1N để chuẩn, dung dịch chuyển từ màu xanh lục nhạt đến màu xanh da trời là điểm kết thúc.

(2) Tính toán

$$H_3BO_3 \text{ (g/l)} = \frac{N \times V \times 0,0618 \times 1000}{1}$$

Trong đó:

N: Nồng độ đương lượng dung dịch NaOH

V₁: Số ml dung dịch NaOH tiêu hao

(3) Chú ý

- Dung dịch biến từ màu xanh lục nhạt → xanh da trời → tím đỏ. Nếu đến kết thúc màu xanh da trời khó không chế, có thể chuẩn đến màu tím đó, sau đó trừ đi số ml quá lượng (khoảng 0,2 ml).

- Để kết quả chính xác, độ axit dung dịch phải bảo đảm trong phạm vi pH = 5 - 5,5 (nếu không ở phạm vi này, cần phải điều chỉnh).

- Hỗn hợp glicérin: cân 60 g Natricitric hòa tan vào nước, cho 600 ml glicérin, cho 2 g phenolphthalein (hòa tan một ít trong cồn nóng) cho nước cát đến 1 lít.

3. Phân tích hợp chất Clorua

(1) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 5 ml dung dịch ma cho vào bình tam giác 250 ml, cho 50 ml nước, vài giọt K_2CrO_4 bão hòa, dùng dung dịch $AgNO_3$ 0,1N để chuẩn, đến khi kết tủa màu trắng hơi có màu đỏ nhạt là điểm kết thúc.

(2) Tính toán

$$NaCl(g/l) = \frac{N \times V \times 0,0585 \times 1000}{5}$$

$$NiCl_2 \cdot 6H_2O(g/l) = \frac{N \times V \times 0,1188 \times 1000}{5}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch $AgNO_3$

V: số ml dung dịch $AgNO_3$ tiêu hao

(3) Chú ý

- Nếu pH < 4, cho một ít $NaHCO_3$ để điều chỉnh pH lớn hơn 4 (không dùng Na_2CO_3) rồi tiếp hành phân tích như trên.
- Trước khi chuẩn có thể cho 5 ml Nitrobenzen để dễ quan sát điểm kết thúc.

IV. PHÂN TÍCH DUNG DỊCH MẶT CRÔM

1. Phân tích CrO_3 (Phương pháp 1)

(1) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 5 ml dung dịch ma cho vào bình định mức 100 ml, cho nước đến vạch khắc độ, lắc đều. Dùng ống hút hút 5 ml dung dịch loãng này cho vào bình tam giác 250 ml.

Cho tiếp 90 ml/l nước, 10 ml H_2SO_4 , 1 : 1, 5 – 10 ml KI 20%, lắc đều. Dùng dung dịch $Na_2S_2O_3$ để chuẩn đến khi có màu vàng nhạt. Cho 2 ml tinh bột, tiếp tục chuẩn đến khi màu xanh da trời mờ đi thành màu xanh lục là điểm kết thúc.

(2) Tính toán

$$CrO_3(g/l) = \frac{N \times V \times 0,0333 \times 1000}{0,25}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch $Na_2S_2O_3$

V: Số ml dung dịch $Na_2S_2O_3$ tiêu hao

2. Phân tích CrO_3 (Phương pháp 2)

Để nguội dung dịch đến nhiệt độ thường, cho vào ống đong 500 ml, mặt dung dịch cách miệng ống đong 30 mm. Dùng tỷ trọng kế đo tỷ trọng, tra bảng dưới đây tìm được nồng độ CrO_3 .

Tỷ trọng	CrO_3 (g/l)	Tỷ trọng	Tỷ trọng	Tỷ trọng	CrO_3 (g/l)	Tỷ trọng	Tỷ trọng
1,01	15	1,10	143	1,19	272	1,28	406
1,02	29	1,11	157	1,20	286	1,28	422
1,03	43	1,12	171	1,21	300	1,30	438
1,04	57	1,13	185	1,22	316	1,31	455
1,05	71	1,14	200	1,23	330	1,32	468
1,06	85	1,15	215	1,24	316	1,33	485
1,07	100	1,16	229	1,25	330	1,34	500
1,08	114	1,17	243	1,26	345	1,35	515
1,09	129	1,18	257	1,27	360		

3. Phân tích H_2SO_4 (Phương pháp 1)

(1) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 10 ml dung dịch cho vào cốc đun 400 ml, cho 100 ml nước (nếu có kết tủa phải lọc), cho 30 ml hỗn hợp rượu etylic, đun sôi 10 phút, cho tiếp 10 ml $BaCl_2$ 10%, khuấy đều. Đun sôi 1 phút, để yên trong 1 giờ. Lọc qua giấy mịn không tro, rửa bằng nước nóng, axit hóa bằng axit HCl vài lần. Đem giấy lọc và kết tủa cho vào cốc sứ đã biết trọng lượng, sấy khô, nung, để nguội trong bình hút ẩm, cân để biết trọng lượng $BaSO_4$.

(2) Tính toán

$$H_2SO_4 \text{ (g/l)} = \frac{G \times 0,420 \times 1000}{10}$$

Trong đó:

G: Trọng lượng kết tủa

(3) Chú ý

- Nung kết tủa $BaSO_4$ ở nhiệt độ $800 - 900^\circ C$, nhiệt độ cao quá $BaSO_4$ phân hủy.
- Sau khi cho $BaCl_2$, kết tủa có màu vàng, thì Cr^{+3} nhiều, chưa khử hoàn toàn. Vì sinh ra $BaCrO_4$ kết tủa, lúc này phải làm lại, cho lượng nhiều hỗn hợp rượu etylic, để Cr^{+3} khử hoàn toàn.
 - Hỗn hợp $C_2H_5OH : HCl : CH_3COOH = 1 : 1 : 1$
 - Nếu không có lò nung, có thể dùng phương pháp sấy trước khi cho $BaCl_2$. Sau khi đun sôi dung dịch, cho 5ml $C_6H_5O_2N$, không có H_2SO_4 , sau đó cho $BaCl_2$, tiếp tục đun sôi, để lắng một thời gian, lọc qua phễu thủy tinh số 4, rửa bằng HCl 1% và nước nóng nhiều lần. Sấy ở nhiệt độ $120^\circ C$.

4. Phân tích H_2SO_4 (Phương pháp 2)

(1) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 10 ml dung dịch mạ cho vào cốc 400 ml, cho 100 ml nước, 45 ml hỗn hợp rượu etylic ($C_2H_5OH : HCl : CH_3COOH = 1 : 1 : 1$), đun sôi 15 phút. Sau

đó, vòi khuấy, vừa cho dần dần 10 ml BaCl₂ 10%, đun sôi 1 phút, để yên 1 giờ. Lọc qua giấy lọc mịn. Dùng nước nóng axit hóa bằng HCl, để rửa kết tủa đến khi không có ion Bari. Lấy kết tủa và giấy lọc cho vào cốc cũ, cho 10 – 20 ml nước, 10 ml NH₄OH, dùng ống hút cho 25 ml EDTA, giá nhiệt 60 – 70°C, khuấy để kết tủa hòa tan hoàn toàn. Để nguội, cho 5 ml NH₄OH và vài giọt Eriochrom T. Dùng dung dịch kẽm 0,05M để chuẩn, dung dịch từ màu xanh da trời chuyển thành màu nâu đỏ là điểm kết thúc.

(2) Tính toán

$$\text{H}_2\text{SO}_4 (\text{g/l}) = \frac{(\text{M}_1 \text{V}_1 - \text{M}_2 \text{V}_2 \times 0,098 \times 1000)}{10}$$

$$\text{SO}_4^{2-} (\text{g/l}) = \frac{(\text{M}_1 \text{V}_1 - \text{M}_2 \text{V}_2 \times 0,096 \times 1000)}{10}$$

Trong đó :

M₁: Nồng độ phân tử gam dung dịch EDTA

V₁: Số ml dung dịch EDTA tiêu hao

M₂: Nồng độ phân tử gam dung dịch kẽm tiêu chuẩn

V₂: Số ml dung dịch kẽm tiêu chuẩn tiêu hao

V. PHÂN TÍCH DUNG DỊCH MẠ BẠC

1. Phân tích dung dịch mạ bạc thiosunphat

(1) Phân tích Ag

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 5 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml. Để trong tủ hút đặc, cho 10 ml HNO₃ đặc, 10 ml H₂SO₄ đặc, giá nhiệt đến khi có khói trắng. Khi kết tủa màu vàng hòa tan hoàn toàn, để nguội, cho 30 – 40 ml nước, để nguội nhỏ 2 – 3 giọt chất chỉ thị NH₄Fe(SO₄)₂. Dùng dung dịch NH₄CNS 0,1N để chuẩn, đến khi có màu đỏ xuất hiện là điểm kết thúc.

b) Tính toán

$$\text{Ag (g/l)} = \frac{\text{N} \times \text{V} \times 0,108 \times 1000}{5}$$

Trong đó:

N: Nồng độ đương lượng dung dịch NH₄CNS

V: Số ml dung dịch NH₄CNS tiêu hao

(2) Phân tích Na₂S₂O₄

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 1 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 5 ml HCHO 40%, lắc đều. Để yên 15 phút, cho 1 ml chất chỉ thị tinh bột. Dùng dung dịch iốt 0,1N để chuẩn đến khi màu xanh da trời không mất đi trong nửa phút là điểm kết thúc.

b) *Tính toán*

$$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5\text{.}5\text{H}_2\text{O (g/l)} = \frac{N \times V \times 0,248 \times 1000}{1}$$

$$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8 (\text{g/l}) = \frac{N \times V \times 0,1482 \times 1000}{1}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch iốt

V: Số ml dung dịch iốt tiêu hao

(3) *Phân tích Na₂SO₃*

a) *Phương pháp phân tích*

Dùng ống hút, hút 1 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 50 ml nước, dùng dung dịch iốt để chuẩn đến khi màu vàng mất đi. Cho thêm 5 ml tinh bột, tiếp tục chuẩn cho đến khi màu xanh da trời không mất đi là điểm kết thúc.

b) *Tính toán*

$$\text{Na}_2\text{SO}_3 (\text{g/l}) = \frac{N \left(V - \frac{\text{Ag}}{108 \times N} \right) \times 0,063 \times 1000}{1}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch iốt

V: Số ml dung dịch iốt tiêu hao

Ag: Số gam bạc trong 1 lít dung dịch

2. Phân tích dung dịch mạ bạc xianua

(1) *Phân tích Ag*

Theo phương pháp phân tích Ag trong dung dịch thiocyanat.

(2) *Phân tích hợp chất xianua*

a) *Phương pháp phân tích*

Dùng ống hút, hút 1 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 50 ml nước, 6 – 8 giọt KI 10%. Dùng dung dịch AgNO₃ để chuẩn đến khi sinh ra màu vàng nhạt không mất đi là điểm kết thúc.

b) *Tính toán*

$$\text{KCN tự do (g/l)} = \frac{N \times V_1 \times 0,13 \times 1000}{1}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch AgNO₃

V₁: Số ml dung dịch AgNO₃ tiêu hao

(3) Phân tích Na_2CO_3

a) Phương pháp phân tích

Cho 2 giọt Phenolphthalein vào trong dung dịch trên, sau đó dùng HCl 0,2N để chuẩn, đến khi màu đỏ mất đi là điểm kết thúc.

b) Tính toán

$$\text{K}_2\text{CO}_3 (\text{g/l}) = N \times V \times 0.069 \times 1000$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch HCl

V: Số ml dung dịch HCl tiêu hao

VI. PHÂN TÍCH DUNG DỊCH MẠ VÀNG

1. Phân tích vàng

(1) Phương pháp phân tích

Hút 5 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 300 ml, cho 20 ml HCl đun đến khô (tiến hành trong tủ hút), sau đó cho 5 – 7 ml nước cương toan (hỗn hợp 3V HCl + 1V HNO_3) để hòa tan, đun ở nhiệt độ 70 – 80°C đến khi trở thành dạng bột nhão (không được khô), sau đó cho 80 ml nước nóng để hòa tan và rửa thành bình. Sau khi để nguội, cho 10 ml HCl 1 : 3 và 2 – 3 ml KI 10%, để ứ chõ tối 2 phút. Cho 5 ml chất chì thị tinh bột. Dùng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ để chuẩn, đến khi màu xanh da trời mất đi là điểm kết thúc.

(2) Tính toán

$$\text{Au} (\text{g/l}) = \frac{N \times V \times 0.0985 \times 1000}{S}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

V: Số ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tiêu hao

(3) Chú ý

Trong quá trình khử HNO_3 , không để dung dịch khô hoàn toàn hoặc khô cục bộ để tránh muối vàng phán hủy. Nếu có kết tủa không hòa tan, nên cho một ít HCl và HNO_3 để hòa tan, sau đó làm bay hơi lại.

2. Phân tích hợp chất xianua

(1) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 5 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 50 ml nước, cho 2 ml dung dịch KI 10%. Lập tức dùng dung dịch AgNO_3 0,1N để chuẩn đến khi hơi có màu vàng đặc là điểm kết thúc.

(2) *Tính toán*

$$\text{KCN (g/l)} = \frac{N \times V \times 0,13 \times 1000}{5}$$

$$\text{NaCN (g/l)} = \frac{N \times V \times 0,098 \times 1000}{5}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch AgNO_3

V: Số ml dung dịch AgNO_3 tiêu hao

3. Phân tích NaOH

(1) *Phương pháp phân tích*

Dùng ống hút, hút 10 ml dung dịch mاء cho vào bình định mức 200 ml, cho lượng AgNO_3 0,1N bằng lượng để chuẩn hợp chất xianua tự do, cho 40 – 50 ml BaCl_2 10%, cho nước làm loãng đến vạch khắc độ, lắc đều, lọc qua giấy lọc khô. Dùng ống hút hút 50 ml dung dịch lọc này (tương đương với 2,5 ml dung dịch mاء), cho vào bình tam giác 250 ml. Cho tiếp 50 ml nước, 2 – 3 giọt chất chỉ thị Phenolphthalein. Dùng axit HCl 0,2N để chuẩn cho đến khi màu đỏ mất đi là điểm kết thúc.

(2) *Tính toán*

$$\text{NaOH (g/l)} = \frac{N \times V \times 0,040 \times 1000}{n}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch HCl

V: Số ml dung dịch HCl tiêu hao

n: Số ml dung dịch mاء

VII. PHÂN TÍCH DUNG DỊCH MẶT THIẾC

1. Phân tích dung dịch mặt thiếc tính axit

(1) *Phân tích Sn^{+2}*

a) *Phương pháp phân tích*

Dùng ống hút, hút 10 ml dung dịch mاء cho vào bình tam giác 250 ml, cho 50 ml nước, 20 ml HCl đặc và 5 ml chất chỉ thị tinh bột, dùng dung dịch iốt tiêu chuẩn để chuẩn, đến khi có màu xanh da trời xuất hiện trong 1 phút là điểm kết thúc.

b) *Tính toán*

$$\text{Sn}^{+2} (\text{g/l}) = \frac{N \times V \times 0,594 \times 1000}{10}$$

$$\text{SnSO}_4 (\text{g/l}) = \frac{N \times V \times 0,1074 \times 1000}{10}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch iốt tiêu chuẩn

V: Số ml dung dịch tiêu hao

(2) Phân tích tổng lượng thiếc

a) Phương pháp phân tích EDTA

Dùng ống hút, hút 10 ml dung dịch mạ cho vào bình định mức 100 ml, cho 10 ml HCl, làm loãng đến vạch khắc độ, lắc đều. Hút 20 ml dung dịch này (tương đương với 2 ml dung dịch mạ), cho vào bình tam giác 300 ml, cho 2 giọt H₂O₂ 30%, đun sôi nhỏ lửa 2 phút, cho nước 60 ml và 25 ml EDTA 0,05M, đun sôi nhỏ lửa, để nguội ở nhiệt độ thường, cho 30 ml upotropin 30%, 6 giọt C₃₁H₂₈O₃N₂SNa₄ (Xylenloage), dùng dung dịch Pb(NO₃)₂ để chuẩn, khi màu vàng chuyển thành màu đỏ là điểm kết thúc. Cho 3 – 4 g NH₄F, lắc đều cho đến khi hòa tan, nếu dung dịch có màu vàng, lại dùng Pb(NO₃)₂ để chuẩn, đến khi có màu đỏ, ghi số ml Pb(NO₃)₂ đã tiêu hao.

b) Tính toán

$$Sn \text{ (g/l)} = \frac{M \times V \times 0,1187 \times 1000}{2}$$

Trong đó:

M: Nồng độ phân tử gam của Pb(NO₃)₂

V: Số ml dung dịch Pb(NO₃)₂ tiêu hao

(3) Phân tích gốc SO₄⁻²

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 10 ml dung dịch mạ cho vào bình định mức 250 ml, cho nước đến vạch khắc độ, lắc đều. Dùng ống hút, hút 25 ml dung dịch cho vào bình tam giác 300 ml. Cho 150 ml nước, 5 ml HCl đặc, gia nhiệt đến sôi, cho dung dịch BaCl₂ 10% quá lượng, để kết tủa hoàn toàn, đun nhỏ lửa 5 phút, để yên qua đêm. Đun sôi dung dịch, lọc qua giấy lọc mịn, dùng nước nóng rửa đến khi hết gốc Cl⁻ thì dừng lại (kiểm tra bằng AgNO₃). Cho giấy lọc và kết tủa vào cốc sứ, đã biết trọng lượng, sấy khô, nung đến khi trọng lượng không đổi, biết được trọng lượng BaSO₄.

b) Tính toán

$$SO_4^{2-} \text{ (g/l)} = G \times 0,4115 \times 1000$$

Trong đó:

G: Trọng lượng kết tủa

Chú ý: Kết tủa BaSO₄ thu được có thể phân tích bằng phương pháp thế tích EDTA, các bước phân tích xem phân tích H₂SO₄ trong dung dịch mạ crôm.

(4) Phân tích H₂SO₄ tự do

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 5 ml dung dịch mạ vào bình tam giác 250 ml, cho 2 – 3 giọt chất chỉ thị Tropaeolin OQ, dùng dung dịch NaOH 0,2N để chuẩn đến khi có vân đặc hoặc chất chỉ thị màu đỏ chuyển thành màu vàng là điểm kết thúc

b) *Tính toán*

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ tự do (g/l)} = \frac{\text{N} \times \text{V} \times 0,049 \times 1000}{5}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng NaOH tiêu chuẩn

V: Số ml dung dịch NaOH tiêu hao

2. Phân tích dung dịch mạ thiếc tính kiềm

(1) Phân tích tổng lượng thiếc

a) Phương pháp EDTA

Theo phương pháp phân tích tổng lượng thiếc trong dung dịch mạ thiếc axit, phương pháp EDTA, nếu dung dịch không có Sn^{+2} , bỏ qua bước cho H_2O_2 .

b) *Tính toán*

$$\text{Na}_2\text{SnO}_3 \text{ (g/l)} = \frac{\text{M} \times \text{V} \times 0,2667 \times 1000}{2}$$

(2) Phân tích NaOH tự do

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 10 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 250 ml, cho 50 ml BaCl_2 10 %, đến khi có kết tủa trắng, cho vài giọt chất chỉ thị Thymolphthalein ($\text{C}_{18}\text{H}_{30}\text{O}_4$), dùng dung dịch HCl 0,2 N để chuẩn đến khi màu xanh mất đi là điểm kết thúc, khi chuẩn phải lắc đều.

b) *Tính toán*

$$\text{NaOH tự do (g/l)} = \frac{\text{N} \times \text{V} \times 0,040 \times 1000}{10}$$

Trong đó :

N: Nồng độ dương lượng dung dịch HCl

V: Số ml dung dịch HCl tiêu hao

(3) Phân tích Sn^{+2}

Phân tích Sn^{+2} giống như phương pháp phân tích Sn^{+2} trong dung dịch mạ thiếc axit.

(4) Phân tích Na_2CO_3

a) Phương pháp phân tích

Dùng ống hút, hút 1 – 5 ml dung dịch mạ cho vào bình tam giác 600 ml, cho 300 ml nước. Đun sôi dung dịch, cho từng giọt BaCl_2 30% để kết tủa hoàn toàn lắng xuống. Lọc qua giấy lọc mịn trung bình, dùng nước nóng rửa đến khi hết kiềm, cho kết tủa và giấy lọc vào bình tam giác. Cho 100 ml nước, vài giọt chất chỉ thị Methyl da cam, dùng dung dịch HCl 1N để chuẩn đến khi có màu đỏ, lại cho thêm 5 ml, ghi lại số ml HCl đã

tiêu hao. Giả nhiệt đến sôi, để CO_2 bay đi, đun sôi 3 phút, để nguội. Cho vài giọt chất chỉ thị Phenolphthalein, dùng dung dịch NaOH 1N để chuẩn đến khi có màu đỏ, ghi số ml NaOH đã tiêu hao.

b) Tính toán

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 \text{ (g/l)} = \frac{(N_1 V_1 - N_2 V_2) \times 0,053 \times 1000}{n}$$

Trong đó:

N_1 : Nồng độ đương lượng dung dịch HCl tiêu chuẩn

V_1 : Số ml dung dịch HCl tiêu hao

N_2 : Nồng độ đương lượng dung dịch NaOH tiêu chuẩn

V_2 : Số ml dung dịch tiêu hao

N : Số ml dung dịch mẫu

VIII. PHÂN TÍCH VÀ PHA CHÉ DUNG DỊCH CHUẨN

1. Dung dịch HCl tiêu chuẩn

(1) Pha ché

0,1N: Lấy 9 ml dung dịch HCl tinh khiết (tỷ trọng 1,19) pha loãng nước đến 1 lít.

0,2 N: Lấy 18 ml HCl tinh khiết (tỷ trọng 1,19) pha loãng đến 1 lít.

(2) Phân tích

Cân chính xác 0,1 – 0,15 g Na_2CO_3 tinh khiết (chính xác đến 4 con số), đã sấy ở nhiệt độ 120°C , cho vào cốc 250 ml, cho 120 ml nước, khuấy đều cho tan hết. Cho 3 – 4 giọt methyl da cam, dùng HCl đã pha để chuẩn đến khi có màu đỏ là điểm kết thúc.

$$N = \frac{G}{V \times 0,053}$$

Trong đó:

N : Nồng độ đương lượng dung dịch HCl

V : Số ml dung dịch HCl tiêu hao

G : Trọng lượng Na_2CO_3 (g)

2. Dung dịch NaOH tiêu chuẩn

(1) Pha ché

0,1N: Cân 4,5 g NaOH tinh khiết, hòa tan trong nước, làm loãng đến 1 lít.

1N: Cân 45 g NaOH tinh khiết, hòa tan trong nước, làm loãng đến 1 lít.

(2) Phân tích

Cân chính xác 4 g $\text{KHC}_5\text{H}_4\text{O}_4$ (chính xác đến 4 con số) đã sấy ở nhiệt độ 120°C . Cho vào cốc 250 ml, cho 100 ml nước, giả nhiệt để hòa tan, cho 2 giọt Phenolphthalein. Dùng dung dịch NaOH đã pha để chuẩn, cho đến khi màn đỏ nhạt là điểm kết thúc.

$$N = \frac{G}{V \times 0,2042}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng NaOH

V: Số ml dung dịch NaOH tiêu chuẩn

G: Trọng lượng $KHC_6H_5O_4$

3. Dung dịch $Na_2S_2O_3$ tiêu chuẩn

(1) Pha chế

0,05M: Cân 12,5 g $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ hòa tan trong nước, cho 0,1 g Na_2CO_3 , làm loãng đến 1 lít.

(2) Phân tích

Cân chính xác 0,1 – 0,3 g KIO_3 (chính xác 4 con số), đã sấy ở nhiệt độ 180°C, cho vào cốc 400 ml. Hòa tan trong 50 ml nước, cho 15 ml KI20% và 10 ml H_2SO_4 1 : 5, để yên trong 3 phút, cho nước đến 150 ml. Dùng dung dịch $Na_2S_2O_3$ 0,1N để chuẩn đến khi có màu vàng nhạt, cho 5 ml chất chỉ thị tinh bột, lại tiếp tục chuẩn cho đến khi màu xanh da trời mất đi là điểm kết thúc.

$$N = \frac{G}{V \times 0,03567}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch $Na_2S_2O_3$

V: Số ml dung dịch $Na_2S_2O_3$ tiêu hao

G: Trọng lượng KIO_3 (g)

4. Dung dịch iốt 0,1 N tiêu chuẩn

(1) Pha chế

Cân 13g iốt tinh khiết và 40g KI, hòa tan trong một ít nước. Sau khi tan hoàn toàn làm loãng đến 1 lít, cho vào bình náu để chỗ tối.

(2) Phân tích

Dùng ống hút, hút 25 ml dung dịch $Na_2S_2O_3$ 0,1N đã pha chế và phân tích, cho vào bình tam giác 250 ml. Dùng dung dịch đã pha để chuẩn đến khi có màu vàng nhạt, cho 5 ml chất chỉ thị tinh bột, lại tiếp tục chuẩn cho đến khi màu xanh da trời là điểm kết thúc.

$$N = \frac{25 \times 0,1}{V}$$

Trong đó:

N: Nồng độ dương lượng dung dịch iốt

V: Số ml dung dịch iốt tiêu hao

5. Dung dịch AgNO₃ 0,1 N tiêu chuẩn

(1) Pha chế

Cân chính xác 17 g AgNO₃ tinh khiết, đã sấy ở nhiệt độ 120°C, thời gian 2 giờ. Để nguội trong bình hút ẩm, hòa tan trong nước, làm loãng trong bình định mức đến 1 lít, đựng trong bình nâu.

(2) Phân tích

Cân chính xác 0,25 – 0,3 g KCl tinh khiết (chính xác 4 con số), đã sấy ở nhiệt độ 110°C, cho vào bình tam giác 300 ml, cho 100 ml nước để hòa tan, cho 2 – 3 giọt K₂CrO₄ bão hòa. Dùng dung dịch AgNO₃ để chuẩn, đến khi kết tủa màu trắng hơi đục là điểm kết thúc.

$$N = \frac{G}{V \times 0.07455}$$

Trong đó:

N: Nồng độ đương lượng dung dịch AgNO₃

V: Số ml dung dịch AgNO₃ tiêu hao

G: Trọng lượng KCl (g)

6. Dung dịch EDTA 0,05M tiêu chuẩn

(1) Pha chế

Cân chính xác 0,4 g kẽm tinh khiết (chính xác 4 con số), cho vào bình tam giác 250 ml, hòa tan trong HCl 1 : 1, giữ nhiệt để hòa tan hoàn toàn, để nguội. Cho vào bình định mức 100 ml, cho nước đến vạch khác độ, lắc đều. Dùng ống hút, hút 20 ml dung dịch này cho vào bình tam giác 250 ml, cho 50 ml nước, cho NH₃OH đến khi dung dịch có tính amôniac. Cho 10 ml dung dịch đậm pH = 10, vài giọt chất chỉ thị Eriochrôm T, lắc đều, dung dịch từ màu đỏ đến màu xanh da trời là điểm kết thúc.

$$M = \frac{G \times \frac{20}{100}}{V \times 0.06538}$$

Trong đó:

M: Nồng độ phân tử gam dung dịch EDTA

V: Số ml dung dịch EDTA tiêu chuẩn

G: Trọng lượng kẽm (g)

7. Dung dịch kẽm 0,05 M tiêu chuẩn

(1) Pha chế

Cân chính xác 3,2685 g kẽm tinh khiết, hòa tan trong HCl 1 : 1, cho vào bình định mức và làm loãng đến 1000 ml, không cần phân tích, hoặc căn 14,4 g ZnSO₄·7H₂O hòa tan trong nước, làm loãng đến 1 lít.

(2) Phân tích

Dùng ống hút, hút 20 ml dung dịch kẽm 0,05M vào bình tam giác 250 ml, cho 50 ml nước, dùng NH₄OH để điều chỉnh pH = 10, vài giọt chất chỉ thị Eriochrôm T, lắc đều. Dùng dung dịch EDTA 0,05M để chuẩn, dung dịch từ màu đỏ đến màu xanh da trời là điểm kết thúc.

$$M = \frac{0,05 \times V}{20}$$

Trong đó:

M: Nồng độ phân tử gam dung dịch kẽm

V: Số ml dung dịch EDTA tiêu hao

IX. PHA CHÉ CHẤT CHỈ THỊ VÀ DUNG DỊCH ĐỆM

1. Metyl da cam

Cân 0,1 g Metyl da cam hòa tan trong 100 ml nước nóng, nếu có chất không hòa tan phải lọc.

2. Eriochrome Black T

Cân 0,5 g Eriochrom Black T hòa tan trong 25 ml C₂H₅OH và 75 ml Trietanolamin.

3. Chỉ thị PAN

Cân 0,2 g PAN hòa tan trong 100 ml C₂H₅OH.

4. Murexitde

Cân 0,2 g Murexitde và 100g NaCl, mài nghiên hỗn hợp đồng đều.

5. Phenolphthalein

Cân 1g Phenolphthalein hòa tan trong 80ml C₂H₅OH, sau khi hòa tan, cho nước làm loãng đến 100 ml.

6. C₃₁H₂₈O₃N₂SNa₄: Xylenlorange

Cân 0,2 g C₃₁H₂₈O₃N₂SNa₄ hòa tan trong 100 ml nước.

7. Chỉ thị tinh bột

Cân 1g tinh bột hòa tan, cho ít nước, khuấy thành hỗn hợp, cho 100 ml nước đun sôi, khuấy đều, đun sôi, để nguội, cho vài giọt CHCl₃.

8. Thymolphthalein: C₂₈H₃₀O₄

Cân 0,1 g C₂₈H₃₀O₄ hòa tan trong 100 ml C₂H₅OH.

9. Dung dịch đệm pH = 10

Cân 54 g NH₄Cl hòa tan trong nước, cho 350 ml NH₄OH đặc, làm loãng đến 1 lít.

Chương 24

XỬ LÝ NƯỚC THẢI MẠ

Nước thải mạ gồm có axit, kiềm, xianua, các ion Cr⁶⁺, Cu²⁺, Ni²⁺. Ngoài ra, còn có các chất hữu cơ, những chất này đều có độc hại nhất định, làm ô nhiễm môi trường, ảnh hưởng tới sức khỏe con người.

I. XỬ LÝ NƯỚC THẢI CÓ CRÔM

Nước thải có crôm sinh ra trong quá trình mạ crôm, thu động hóa ma kẽm, mạ đồng và hợp kim của chúng. Ion Cr⁶⁺ có tính độc rất mạnh. Phương pháp xử lý nước thải crôm có nhiều loại, chủ yếu là phương pháp hóa học, phương pháp điện phân, phương pháp trao đổi ion, phương pháp hấp phụ than hoạt tính, phương pháp cõ đặc bay hơi v.v.

1. Phương pháp hóa học

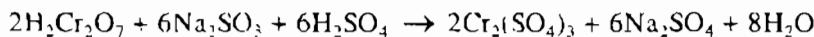
Phương pháp xử lý nước thải Cr⁶⁺ là phương pháp khử kết tủa.

Bước 1: Trong điều kiện tính axit, dùng SO₂, NaHSO₃, FeSO₄, N₂H₄H₂O, phôi sắt làm chất khử, để khử Cr⁶⁺ thành Cr³⁺.

Bước 2: Cho các chất tính kiềm Na₂CO₃, NaOH, CaO v.v. để nâng cao độ pH nước thải, làm cho Cr³⁺ thành Cr(OH)₃ kết tủa, sau đó loại bỏ.

(1) Phương pháp dùng NaHSO₃

Phương pháp này dùng NaHSO₃ hoặc Na₂CO₃, Na₂S₂O₃, Na₂S₂O₅ cho vào nước thải để khử Cr⁶⁺ thành Cr³⁺. Phản ứng như sau:



Phản ứng sinh ra Cr³⁺, sau khi nâng cao pH = 6,5 – 7,5, sinh thành Cr(OH)₃ kết tủa, lấy kết tủa.

Phán đoán điểm kết thúc phản ứng bằng phương pháp so màu, do phản ứng giữa Cr³⁺ với Di phenyl carbazide, tạo thành hợp chất có màu đỏ.

Hiện nay, dùng NaHSO₃ để xử lý Cr⁶⁺, có hai phương thức: Phương thức xử lý tập trung hoặc xử lý trên dòng chảy.

Phương pháp xử lý tập trung là: cho nước thải có chứa crôm chảy vào bể chứa, khi đạt đến số lượng nhất định, dùng bơm đưa vào thùng phản ứng, tiến hành xử lý khử – kết tủa. Công nghệ như sau:

– Bể chứa nước thải đạt đến thể tích nhất định, khuấy đều, dùng H₂SO₄ điều chỉnh pH < 3;

– Phân tích hàm lượng Cr⁶⁺;

– Cân cứ vào nồng độ Cr^{+6} , tính toán cho chất khử theo tỷ lệ, khuấy bằng không khí nén, thời gian 15 phút:

– Đổ yên nhiều giờ, phân tích hàm lượng Cr^{+6} , xem có đạt yêu cầu xú ý không;

– Khi Cr^{+6} đạt đến tiêu chuẩn thả ra, dùng bơm đưa vào bể kết tua, khuấy đều và cho NaOH 20%, điều chỉnh $\text{pH} = 6,5 - 7$, khuấy 15 phút;

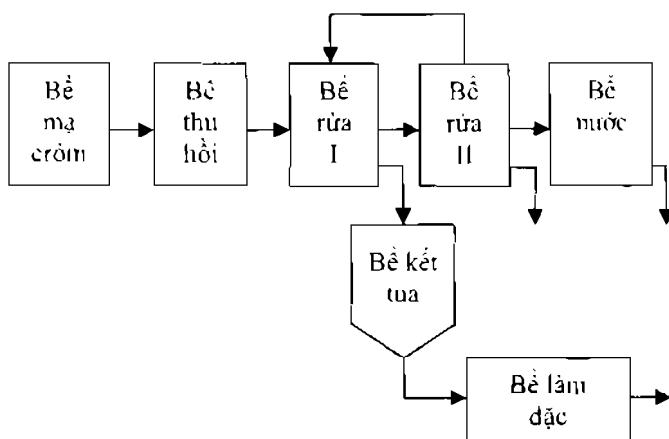
– Đổ yên nhiều giờ, thả nước ở phía trên hoặc dùng nước lại;

– Lấy kết tua, thu hồi xử lý.

Đặc điểm của phương pháp này là: Có thể xử lý nhiều loại nước thải có chứa crôm, đem nhiều loại nước thải có chứa crôm tập trung vào bể chứa, xử lý gián đoạn, dễ điều chỉnh pH , dễ cho các hóa chất, khống chế phản ứng.

Phương pháp xử lý trên đồng chảy là phương pháp xử lý tuần hoàn toàn diện nước thải. Nó có đặc điểm sau: Công nghệ xử lý nước rửa và công nghệ xử lý nước thải làm một, cho hóa chất ít, tính thực dụng cao, quản lý dễ tiết kiệm nước, chiếm diện tích nhỏ, đầu tư ít. Chất Cr(OH)_3 kết tua, rửa 2 – 3 lần, để làm sạch gốc SO_4^{2-} , cô đặc, sấy, nung 1200°C được Cr_2O_3 , có thể dùng được.

Công nghệ xử lý như sau (xem hình 24.1).



Hình 24. 1. Phương pháp xử lý nước thải dùng NaHSO_4 ,

(2) Phương pháp dùng FeSO_4 – nước vôi

Phương pháp dùng FeSO_4 – nước vôi là phương pháp cũ nhất để xử lý nước thải crôm, thích hợp với nước thải crôm có nồng độ thay đổi lớn. Điều chỉnh nước thải crôm có $\text{pH} = 3$, nước thải ở dạng $\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$, cho FeSO_4 . Fe^{+2} khử Cr^{+6} thành Cr^{+3} , sau đó cho nước vôi, điều chỉnh $\text{pH} = 7 - 9$, Cr^{+3} và Fe^{+3} sẽ sinh thành hợp chất hydroxit kết tua.

2. Phương pháp hấp phụ than hoạt tính

Than hoạt tính có thể hấp phụ Cr^{+6} , còn có tác dụng khử. Vì vậy, than hoạt tính vừa là chất hấp phụ vừa là chất hóa học để làm sạch nước thải crôm. Trong môi trường

axit. $\text{pH} < 3$, than hoạt tính hấp phụ Cr^{4+} trên bề mặt, khử thành Cr^{3+} . Khi than hoạt tính hấp phụ đến bão hòa, cho vào dung dịch axit, ion Cr^{4+} được hấp phụ sẽ giải phóng ra, than hoạt tính được tái sinh.

Thiết bị hấp phụ than hoạt tính được chế tạo thành bộ, có bán trên thị trường.

Tái sinh than hoạt tính dùng hai phương pháp: tái sinh kiềm và tái sinh axit. Tái sinh kiềm dung dịch NaOH 8 – 15%. Lượng chất tái sinh và thể tích than hoạt tính giống nhau thời gian tiếp xúc 30 – 60 phút. Than hoạt tính sau khi tái sinh kiềm, tiến hành hoạt hóa bằng axit.

Nồng độ H_2SO_4 5 – 10%, lượng dùng bằng một nửa than hoạt tính.

Dung dịch tái sinh axit là H_2SO_4 10 – 20%, lượng dùng bằng một nửa than hoạt tính, thời gian ngâm 4 – 6 giờ. Dung dịch tái sinh crôm sunphat, có thể dùng để chế tạo thuốc đánh bóng.

Trong sản xuất dùng công nghệ hấp phụ than hoạt tính hai cột hoặc ba cột.

3. Phương pháp trao đổi ion

Phương pháp trao đổi ion là phương pháp dùng nhựa tổng hợp cao phân tử tiến hành trao đổi ion. Trong nhựa có nhóm gốc hoạt tính, có năng lực trao đổi ion, không hòa tan trong nước, axit, kiềm và các chất hữu cơ, tiến hành trao đổi hoặc hấp phụ chất có ion nào đó, sau đó dùng chất hóa học nào đó rửa nhựa, làm cho chất hấp phụ thoát ra.

Tác dụng trao đổi tính chọn lọc của nhựa trao đổi ion có thể loại bỏ tạp chất có hại như: crôm, đồng, niken, xianua v.v. Phương pháp này dùng để xử lý nước thải nồng độ thấp, lượng nước lớn, có thể thu hồi kim loại và sử dụng lại nước rửa.

Quy trình công nghệ xử lý nước thải phương pháp trao đổi ion như sau:

Lọc nước thải + Trao đổi ion dương → Trao đổi ion âm → Tái sinh nhựa → Có đặc thu hồi crôm.

(1) Lọc nước thải

Nước thải trước khi đi vào cột trao đổi ion dương cần phải lọc, để loại bỏ tạp chất cơ khí, huyền phù, tránh làm bẩn nhựa. Phương pháp lọc bằng cát, lọc bằng chất deer có nhiều lỗ policlovynyl.

(2) Nhựa trao đổi ion dương

Để nâng cao độ sạch của axit crôm, loại bỏ ion kim loại khác, cần tiến hành trao đổi ion dương. Thông thường dùng nhựa loại axit mạnh số hiệu là 732, nước thải đi ra, nồng độ H^+ cao, pH giảm, Cr^{4+} trong nước thải tồn tại ở dạng $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$.

(3) Nhựa trao đổi ion âm

Sau khi nước thải đã trao đổi cột ion dương, đi vào cột ion âm, nhựa sẽ hấp phụ $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ và CrO_4^{2-} trong nước thải, OH^- trong nhựa chuyển vào dung dịch. Thông thường dùng nhựa ion kiềm yếu 710.

(4) Tái sinh nhựa

Chọn chất hóa học thích hợp, làm cho chất hấp phụ trên nhựa giải phóng ra, đồng thời làm cho nhựa hồi phục lại năng lực hấp phụ lại.

Tái sinh nhựa ion âm: Thường dùng chất tái sinh là NaOH, gốc OH⁻¹ trong NaOH được trao đổi bằng gốc Cr₂O₇⁻² và CrO₄⁻² hấp phụ trong nhựa. Chất tái sinh thường dùng dung dịch NaOH 4 – 10%.

Tái sinh nhựa ion dương: Dùng ion H⁺¹ trong axit thay thế bằng ion dương kim loại hấp phụ trong nhựa, chuyển thành nhựa loại H.

Chất tái sinh thường dùng là H₂SO₄ 3 – 5% hoặc HCl 1 – 3 mol/l. Lượng chất tái sinh gấp 3 lần thể tích nhựa.

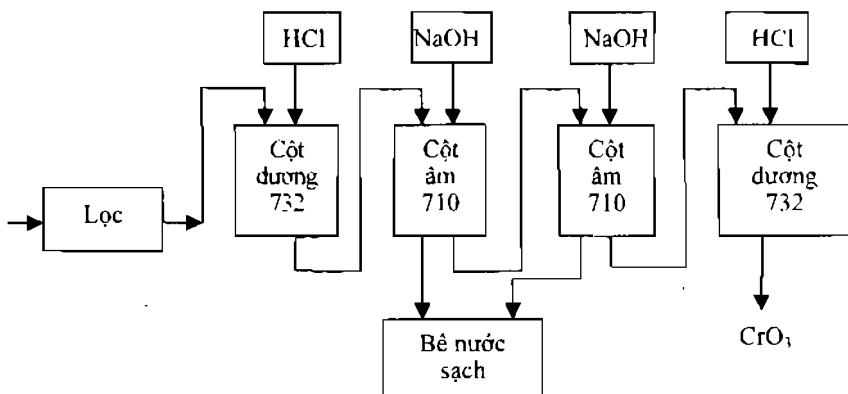
(5) Thu hồi axit

Dung dịch Na₂Cr₂O₇ hoặc Na₂CrO₄ thu được khi tái sinh, có thể khử Na bằng nhựa ion dương axit mạnh 732. Bởi vì tiến hành khử Na lúc đầu ở pH thấp, nên Cr⁶⁺ trong nước tồn tại ở dạng Cr₂O₇⁻², có màu đỏ da cam. Khi khử Na gần đến điểm kết thúc, pH nâng cao, dung dịch thành phần chính là CrO₃, có màu vàng.

Sau khi khử Na, nồng độ CrO₃ thấp, đồng thời có ion Cl⁻¹, cần phải cô đặc và khử Clo mới sử dụng được.

(6) Phương thức xử lý nước thải bằng phương pháp trao đổi ion

Trong sản xuất quy trình xử lý nước thải bằng phương pháp trao đổi ion gồm cột trao đổi ion dương loại H, hai cột ion âm loại OH, cột ion dương loại Na tạo thành, xem hình 24.2



Hình 24.2. Phương pháp xử lý nước thải bằng trao đổi ion

II. XỬ LÝ NƯỚC THẢI KIM LOẠI NẶNG

Ngoài nước thải crôm, nước thải còn chứa nhiều ion kim loại nặng như: niken, đồng, kẽm, cacđimi v.v. Để xử lý kim loại nặng thường dùng các phương pháp: phương pháp kết tủa, điện phân, trao đổi ion, kỹ thuật phản ly màng, cô đặc, bay hơi v.v.

1. Phương pháp kết tủa hóa học

(1) Phương pháp kết tủa hợp chất hydroxit

Cho vào nước thải chất kết tủa tính kiềm (NaOH , Na_2CO_3 , vôi v.v.), làm cho ion kim loại phản ứng với gốc OH^- , tạo thành hợp chất hydroxit không tan, do đó bị phân ly ra. Phương pháp kết tủa là phương pháp điều chỉnh, khống chế pH.

Nước thải có ion kim loại nặng, về cơ bản có thể điều chỉnh pH để kết tủa phân ly. Khi ion kim loại nặng ở dạng phức chất, trước tiên phải phân hủy phức chất, sau đó điều chỉnh pH để kết tủa.

Công nghệ trung hòa kết tủa có hai loại: trung hòa kết tủa một lần và trung hòa kết tủa phân đoạn. Mẫu chối của phương pháp trung hòa kết tủa là khống chế tốt pH, cân bằng cung cấp tính chất của nước và loại kim loại nặng phải loại bỏ mà chọn công nghệ trung hòa kết tủa.

(2) Phương pháp kết tủa hợp chất sunfua

Cho vào nước thải hợp chất sunfua như Na_2S , $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ v.v. làm cho ion kim loại và ion lưu huỳnh phản ứng, sinh thành hợp chất sunfua kim loại khó hòa tan, được loại bỏ đi.

Thứ tự kết tủa hợp chất sunfua như sau: Hg^{+2} , Ag^{+1} , As^{+3} , Br^{-1} , Cu^{+2} , Pb^{+2} , Cd^{+2} , Sn^{+2} , Zn^{+2} , Co^{+2} , Ni^{+2} , Fe^{+2} , Mn^{+2} . Hợp chất sunfua có vị trí ở phía trước, độ hòa tan rất nhỏ, xử lý dễ dàng.

2. Xử lý nước thải nikén

Phương pháp xử lý nước thải nikén gồm có các phương pháp: phương pháp kết tủa, phương pháp trao đổi ion, phương pháp thẩm thấu ngược. Ở đây giới thiệu đơn giản phương pháp trao đổi ion.

Trong nước thải có nikén, nikén tồn tại ở dạng ion Ni^{+2} , pH nước thải vào khoảng 6. Dùng phương pháp này, do thế trao đổi của Ni^{+2} so với Cu^{+2} , Fe^{+2} thấp, yêu cầu hàm lượng Ni^{+2} trong nước thải không thấp hơn 200 – 400 mg/l, do đó cần bể thu hồi nước thải nikén mới đạt yêu cầu. Nhựa trao đổi thường dùng là DK – 110, DK – 116, nhựa 732 axit mạnh sau khi chuyển về dạng Na thì sử dụng. Trong thực tế sản xuất, thường xử lý nước thải nikén 2 cột cố định.

Phương pháp thao tác: Nước thải sau khi lọc, cho vào cột A, tiến hành trao đổi ion. Khi cột A có ion nikén lọt ra (dùng Dimethyl glioxim để kiểm tra), lắp cột B song song với cột A, sau khi cột A hấp phụ đã bão hòa, ngắt nguồn nước, tiến hành tái sinh.

Cột B tiến hành trao đổi, khi có ion nikén lọt ra, cột A mắc song song vừa được tái sinh, cột B đã hấp phụ bão hòa, tái sinh cột B, cho cột A tiến hành trao đổi.

Thao tác tái sinh: Trước tiên rửa ngược bằng nước, để loại bỏ chất huỷ ên phù trong nhựa, dùng NiSO_4 12% làm chất tái sinh, lượng dùng gấp 1,3 – 1,4 lần thể tích nhựa. Nước rửa ngược và nước rửa thường ra ngoài, dùng Dimethyl glioxim để kiểm tra không hiện ra màu đỏ là được.

3. Xử lý nước thải có đồng

Phương pháp xử lý nước thải có đồng, dùng phương pháp kết tủa hóa học, phương pháp cô đặc bay hơi, phương pháp trao đổi ion, phương pháp hấp phụ than, phương pháp phân ly màng và phương pháp điện phân. Sau đây giới thiệu phương pháp trao đổi ion, phương pháp kết tủa – điện phân màng.

(1) Phương pháp trao đổi ion

Nước thải mạ đồng piro phốtphat có thể loại bỏ bằng nhựa trao đổi ion âm tính kiềm, như nhựa số 731 loại muối sunfuaric, dùng hỗn hợp chất tái sinh là $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 15% và KOH 3%, có thể tái sinh hiệu quả.

Dùng nhựa trao đổi ion dương tính axit mạnh (số 732) để trao đổi hấp phụ Cu^{+2} trong nước, sau khi nhựa hấp phụ đã bão hòa, dùng axit tái sinh, sau đó trở thành dạng Na_2SO_4 .

Nước thải mạ đồng xianua, dùng cột trao đổi ion âm để loại bỏ xianua, thông thường dùng nhựa trao đổi ion âm kiềm mạnh polistron số 711 để trao đổi, tái sinh bằng axit mạnh, khi phản ứng tái sinh, sinh ra khí HCN rất độc, dùng thiết bị hấp phụ kín khít để hấp phụ (dung dịch NaOH), như vậy có thể giải quyết được sự ô nhiễm của HCN, mà còn thu hồi được NaCN. Sau đó loại bỏ đồng trong hợp chất xianua, bằng cột trao đổi ion dương. Chất thu hồi được cho vào bể mạ. Phương pháp xử lý như trên, hàm lượng đồng trong nước thải dưới 1 mg/l.

(2) Phương pháp kết tủa – điện phân màng

Nguyên lý cơ bản: Cho ion đồng hoặc các ion kim loại khác kết tủa, thông qua điện phân, làm kết tủa biến thành kim loại.

– Kết tủa hóa học: Ion đồng trong nước thải ở điều kiện trung tính hoặc kiểm yếu sinh thành kết tủa hợp chất hydroxit.

– Điện phân màng: Cho kết tủa $\text{Cu}(\text{OH})_2$ vào trong buồng anot của bể điện phân màng, buồng catot cho dung dịch ion đồng, buồng anot, catot dùng màng tách ra, anot là chì, catot là kim loại dễ tách lớp mạ ra. Chỉ cần bảo đảm nồng độ ion đồng, pH và nhiệt độ dung dịch, ở mật độ dòng điện thích hợp, kim loại được tách ra.

Thành phần dung dịch và điều kiện công nghệ như sau: buồng catot hàm lượng dung dịch là: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 200 – 250 g/l, pH < 1,2 nhiệt độ 30 – 40°C, nguyên liệu catot là đồng tinh khiết, buồng anot gồm kết tủa đồng, cho lượng nước gấp 10 lần, anot là chì, mật độ dòng điện 1 – 3 A/dm², màng là tấm nỉ, dùng phương pháp này có thể xử lý nước thải có nikén và kẽm.

4. Kỹ thuật xử lý nước thải hỗn hợp

(1) Công nghệ mới xử lý nước thải mạ: phương pháp điện phân sắt

Nước thải được bơm cho vào cột xử lý sắt hoạt tính, sinh ra một loạt phản ứng, loại bỏ các loại ion kim loại trong nước thải. Nước thải qua kết tủa hoặc dùng thiết bị phân ly nước cặn bã, nước chảy ra ngoài hoặc được dung lại.

(2) Chất thu hồi kim loại nặng cao phân tử (DTCR)

DTCR là dạng nhựa chất lỏng, sau khi phản ứng với ion kim loại nặng trong nước thải, tạo thành muối không hòa tan trong nước, cho thêm chất hữu cơ hoặc vô cơ, sẽ sinh thành kết tủa không hòa tan, đạt mục đích loại bỏ ion kim loại nặng trong nước thải. DTCR có thể tạo thành phản ứng với ion kim loại nặng như: Hg^{+2} , Cd^{+2} , Pb^{+2} , Mn^{+2} , Cu^{+2} , Ni^{+2} , Zn^{+2} , Cr^{+3} , Cr^{+6} v.v. tạo thành muối không hòa tan trong nước, tiến hành xử lý một lần được tái cá các ion kim loại nặng.

5. Xử lý ion kim loại có kẽm

(1) Phương pháp hóa học

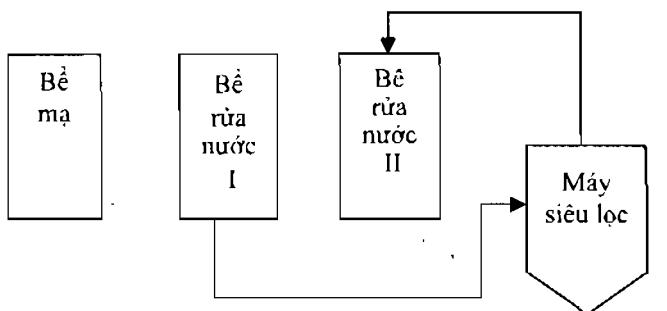
Dùng axit để điều chỉnh nước thải có kẽm tính kiềm, có $pH = 8,5 - 9$, sinh thành $Zn(OH)_2$ kết tủa, cho kiềm để hòa tan kết tủa, được dùng lại cho bể mạ. Dùng kiềm để điều chỉnh nước thải tính axit có $pH = 8,5 - 9$, sinh thành $Zn(OH)_2$ kết tủa, chất kết tủa cho axit để tạo thành $ZnSO_4$ hoặc $ZnCl_2$, được dùng lại cho bể mạ.

Để nâng cao độ tinh khiết của hóa chất thu hồi, nước rửa phải dùng nước cất hoặc nước trao đổi ion. Thời gian phản ứng kết tủa vào khoảng 20 phút; nồng độ nước thải có kẽm không bị hạn chế, nước thải sau khi xử lý có thể sử dụng lại được hoặc thải ra ngoài đạt tiêu chuẩn.

(2) Phương pháp siêu lọc

Khi $pH = 8 - 10$, ion kẽm sinh thành $Zn(OH)$ kết tủa tương đối ổn định, trong máy siêu lọc, $Zn(OH)_2$ bị màng lọc chặn lại, đạt mục đích lọc loại bỏ, dung dịch lọc được sử dụng lại tuần hoàn ở bể rửa, nước thải ra, hàm lượng kẽm dưới $0,5 \text{ mg/l}$.

Quy trình công nghệ xem hình 24.3.



Bùn cặn thải

Hình 24.3. Phương pháp siêu lọc

6. So sánh các phương pháp xử lý

Xem bảng 24 – 1.

Bảng 24 – 1. So sánh các phương pháp xử lý

Phương pháp xử lý	So sánh các phương pháp xử lý
Phương pháp kết tủa hợp chất hydroxit	Phương pháp dùng nước với rộng rãi nhất, có tác dụng trung hòa, kết tủa, giá thành rẻ, nguyên liệu phong phú, kết tủa lỏng đọng tốt, thoát nước nước tốt.
Phương pháp kết tủa hợp chất sunfua	Hiệu quả xử lý tốt, dùng lại kết tủa phải xử lý.
Phương pháp trao đổi ion	Sau khi xử lý nước thải đạt tiêu chuẩn thải ra, có thể thu hồi CuCN, chi phí giảm, thích hợp dùng cho nhà máy ma loai lớn và trung bình. Xử lý tái sinh, thao tác phức tạp.
Phương pháp điện phân sắt	Quy trình công nghệ đơn giản, có thể xử lý nước thải hồn hợp, xử lý một lần đạt tiêu chuẩn, phí vận hành thấp, quản lý thao tác thuận lợi.
Kết tủa kim loại nặng cao phân tử	Xử lý một lần rất nhiều kim loại nặng.
Phương pháp siêu lọc	Sau khi xử lý, có thể dùng lại, diện tích thiết bị nhỏ, xử lý liên tục, thao tác đơn giản, chi phí xử lý thấp.

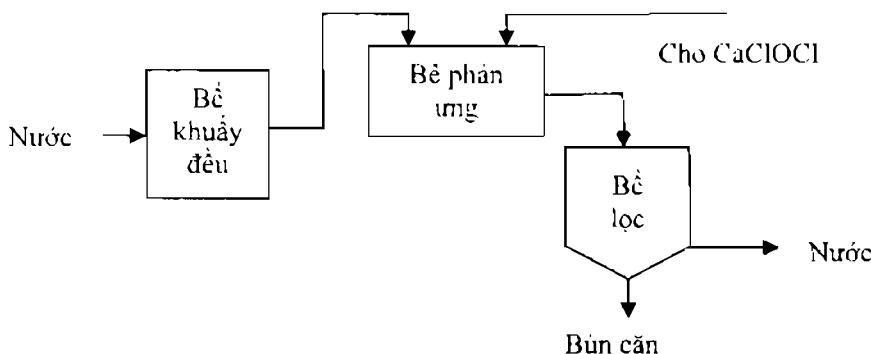
III. XỬ LÝ NƯỚC THẢI XIANUA

Nước thải xianua sinh ra do quá trình mạ xianua như mạ đồng, mạ kẽm, mạ hợp kim đồng thiếc. Hợp chất xianua rất độc, gây ô nhiễm môi trường, có hại cho sức khỏe con người. Phương pháp xử lý thường dùng là phương pháp xử lý Clo hóa tính kiềm, muối sắt hai, điện phân, trao đổi ion, thu hồi hóa học v.v.

1. Phương pháp clo hóa tính kiềm

Phương pháp clo hóa tính kiềm là phương pháp xử lý phổ biến nhất, do tác dụng ôxi hóa của clo hoạt tính làm cho hợp chất xianua ôxi hóa thành muối xianua, độc tính muối xianua bằng $1/100$ ion CN^- , muối xianua tiếp tục ôxi hóa, tạo thành khí CO_2 và khí Nitơ, đạt mục đích loại bỏ hợp chất xianua.

Hóa chất clo tính kiềm là: CaClOCl , NaClO , chất được dùng nhiều nhất là CaClO . Dùng CaClO để xử lý nước thải xianua, có thể dùng phương pháp gián đoạn hoặc liên tục. Phương pháp gián đoạn xử lý nước thải số lượng ít, nồng độ xianua cao và thay đổi nhiều, yêu cầu xử lý nghiêm túc, phương pháp xử lý liên tục, xử lý nước thải số lượng nhiều, nồng độ xianua biến đổi ít. Thông thường dùng phương pháp gián đoạn, quy trình công nghệ xem hình vẽ 24.4.



Hình 24.4. Phương pháp xử lý nước thải clo hóa tinh kiềm

Bột Ca(ClO)_2 có thể cho khô hoặc làm ướt, cho ướt nồng độ Ca(ClO)_2 5 – 10%, dùng không khí nén khuấy 1 giờ, sau khi phản ứng kết thúc, đưa vào bể lọc, tiến hành phân ly.

Dùng Ca(ClO)_2 để xử lý xanua hiệu quả tốt, thiết bị đơn giản, thao tác thuận lợi, chi phí thấp. Nhược điểm là: hoạt tính Clo trong Ca(ClO)_2 trong quá trình bảo quản dần dần giảm tác dụng. Khi phản ứng, cần không chế $\text{pH} = 8,5 - 11$, không được tiến hành trong môi trường axit, nếu không, sinh ra khí HCN rất độc. Sau khi xử lý có lượng két túa nhất định. So sánh ưu nhược điểm và phạm vi sử dụng của chất ôxi hóa xem bảng 24 – 2.

Bảng 24 – 2. So sánh đặc tính chất ôxi hóa

Chất ôxi hóa	Ưu điểm	Nhược điểm	Phạm vi ứng dụng
Ca(ClO)_2	Nguồn hóa chất nhiều	Lượng két túa nhiều, thao tác khó	Nước thải nồng độ thay đổi nhiều
NaClO_2	Kết túa ít, thiết bị đơn giản, thao tác thuận lợi	Nguồn cung cấp hóa chất có lúc khó khăn	Nồng độ thấp, lượng nước ít
Nước Clo	Kết túa ít, chi phí xử lý thấp	Nguồn cung cấp khó khăn, khi thao tác có khí bay ra, phải cẩn thận khi thao tác	Nồng độ cao hoặc thấp, lượng nước nhiều

2. Phương pháp dùng sắt sunfat hóa trị hai

Hòa tan sắt sunfat hóa trị hai trong nước, sinh thành ion Fe^{+2} , kết hợp với ion CN^{-1} tự do tạo thành ion $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, trong không khí ôxi hóa thành $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$, là chất nhuộm màu xanh.

Phương pháp dùng FeSO_4 , thiết bị đơn giản, giá thành thấp, lượng kết túa nhiều, nước có màu, hàm lượng ion CN^{-1} trong nước thải ra là 5 – 10 mg/l.

3. Phương pháp brom - ôxi

Dùng phương pháp brom – ôxi để xử lý nước thải, phản ứng chia làm hai cấp. Cấp 1: CN^{-1} ôxi hóa thành CNO^{-1} ; cấp 2: CNO^{-1} bị ôxi hóa thành N_2 và HCO_3^- . Ưu

điểm của phương pháp này là năng lực ôxi hóa brom – ôxi mạnh, rất dễ phân hủy trong nước, không ô nhiễm nguồn nước. Do chế tạo brom – ôxi tiêu hao nhiều điện, vì thế chỉ dùng để xử lý trong trường hợp có lượng nước thải nhỏ.

4. Phương pháp ôxi hóa điện hóa

Nước thải có xianua, khi điện phân xảy ra phản ứng ô anôt, catôt, ôxi hóa thành N_2 và CO_2 .

Phương pháp ôxi hóa điện hóa, dùng phương pháp điện phân trực tiếp hoặc phương pháp điện phân gián tiếp.

Phương pháp điện phân trực tiếp: Anôt là grafít, độ dày cực 25 – 50 mm. Catôt là tấm sál, độ dày cực 2 – 3 mm. Cự ly giữa anôt và catôt 15 – 30 mm, điện áp bể 6 – 8,5V. Sau khi xử lý, hàm lượng xianua là 0 – 0,5 mg/l, trên catôt thu hồi kim loại, nhưng trong quá trình sản xuất sinh ra lượng nhỏ chất khí $CuCl$, phải dùng quạt hút.

Phương pháp điện phân gián tiếp: Trước hết điện phân muối ăn, để sinh ra $NaClO$, ôxi hóa xianua thành N_2 và CO_2 . Phương pháp điện phân gián tiếp có thể xử lý trên dây chuyền, tốc độ xử lý nhanh, hóa chất tiêu hao ít, thiết bị đơn giản, dùng để xử lý nước thải có nồng độ xianua cao.

5. Phương pháp thu hồi hóa học

Do phản ứng giữa axit và ion gốc CN^- trong nước thải, sinh thành khí HCN, thu hồi bằng kiềm. Quy trình công nghệ như sau: Giả nhiệt nước thải có xianua 51°C, ở $pH = 2 – 4$, dẫn vào tháp phản ứng chàm không H_2SO_4 , tháp phản ứng có dòng không khí và hơi nước, nhiệt độ 98 – 99°C, sinh thành hỗn hợp chất khí nóng HCN và H_2O , sau khi qua bộ phận trao đổi nhiệt, dẫn đến tháp hấp phụ NaOH, sinh thành NaCN.

IV. XỬ LÝ NƯỚC THẢI AXIT KIỀM

Phản xưởng mạ thường dùng các dung dịch mạ khác nhau, công nghệ sản xuất khác nhau, nước thải có axit kiềm khác nhau, có nơi chủ yếu là axit, có nơi chủ yếu là kiềm, có nơi có lúc là axit, có lúc là kiềm v.v. Cần căn cứ vào tình hình cụ thể chọn phương pháp xử lý khác nhau.

1. Phương pháp trung hòa tự nhiên

Nước thải có axit, kiềm cháy đèn bể chứa trung hòa, tự nhiên trung hòa, xử lý đồng thời axit và kiềm. Khi axit và kiềm đạt đến cân bằng, có thể thải ra ngoài, nhưng nước thải ra axit và kiềm, số lượng và nồng độ có biến động lớn, phương pháp trung hòa tự nhiên thường không đạt tiêu chuẩn nước thải ra. Vì vậy, dùng phương pháp này, còn cần phải hỗ trợ cho vào các hóa chất hoặc các biện pháp khác, để bảo đảm hiệu quả xử lý ổn định.

2. Phương pháp trung hòa các chất

Cho vào nước thải các chất chứa axit hoặc kiềm, để thực hiện phản ứng trung hòa, đạt được tiêu chuẩn nước thải ra.

– Hóa chất trung hòa tính kiềm có mấy loại sau: CaCO₃, CaO, xi lò (Cao, MgO), NaOH, Na₂CO₃, NH₄OH v.v.

– Hóa chất trung hòa tính axit: khí thải công nghiệp hóa chất (SO₂ v.v.), khí than (CO₂, CO v.v.), axit phosphoric công nghiệp.

Căn cứ vào sự thay đổi số lượng nước thải có axit kiềm mà dùng phương pháp trung hòa liên tục hoặc gián đoạn. Thông thường khi nước thải số lượng lớn dùng phương pháp xử lý liên tục, do máy đo pH tự động khống chế bổ sung hóa chất, khi nước thải số lượng ít, dùng phương pháp gián đoạn.

3. Phương pháp trung hòa lọc

Nước thải chảy vào thiết bị lọc trung hòa có chứa đá vôi v.v. mà được trung hòa. Thiết bị lọc gồm có ba loại: bể lọc trung hòa, tháp lọc trung hòa và trung hòa kiểu thùng quay.

Chương 25

XỬ LÝ BỤI VÀ KHÍ ĐỘC HẠI

Trong quá trình mạ, sinh ra bụi và khí độc hại, ví dụ như: HCN, NO₂, NO v.v. bụi mù axit crôm, axit, kiềm v.v. Những chất này ảnh hưởng nghiêm trọng đến môi trường, ảnh hưởng sức khỏe con người, cần phải tiến hành xử lý. Sau đây, giới thiệu một số phương pháp thường dùng.

I. XỬ LÝ KHI CÓ BỤI

Công nghệ mài bóng, đánh bóng, phun cát và sinh ra rất nhiều bụi, người hút bụi dẫn đến bệnh nghề nghiệp về phổi. Vì thế, khi gia công công nghệ này, cần phải có thiết bị hút bụi. Phương pháp hút bụi gồm có các phương pháp: hút bụi cơ khí, hút bụi rửa, hút bụi màng lọc và hút bụi tĩnh điện v.v.

1. Hút bụi cơ khí

Hút bụi cơ khí có các phương pháp: hút bụi trong lực, lực quán tính, lực ly tâm v.v. Phương pháp này lợi dụng tác dụng lực cơ khí, bụi phân ly từ dòng khí. Cấu tạo thiết bị đơn giản, năng lượng tiêu hao ít, đầu tư, bảo dưỡng ít, nhưng hiệu suất hút bụi không cao.

(1) *Hút bụi trọng lực*

Hút bụi trọng lực làm cho không khí chứa bụi đi vào buồng thể tích lớn, làm cho tốc độ dòng khí giảm đi, bụi được lắng xuống do trọng lực, tách ra khỏi dòng khí, hút bụi trọng lực có thể loại bỏ hạt bụi có đường kính trên 50 μm, hiệu suất đạt 40 – 60%, thường dùng để làm sạch bụi trước.

(2) *Hút bụi quán tính*

Dùng tấm ngăn làm vật chắn để ngăn dòng khí, gác đột biến phương chuyển động, sinh ra hiện tượng phản tác dụng quán tính với bụi, mà lắng xuống. Đường kính hạt bụi có thể được loại bỏ là 20 μm, hiệu suất 50 – 70%.

(3) *Hút bụi ly tâm*

Dòng khí đi vào bộ phận hút bụi theo hướng vào thành trụ tròn máy hút bụi, hình thành chuyển động quay, do tác dụng lực ly tâm, bụi va đập vào thành máy, rơi xuống. Thiết bị cấu tạo kín, chiếm diện tích nhỏ, có thể loại bỏ hạt bụi có đường kính trên 10 μm, hiệu suất đạt trên 80%.

2. Hút bụi rửa

Phương pháp hút bụi rửa: dung nước rửa dòng khí chứa bụi. bụi trong dòng khí va chạm với giọt nước (hoặc màng nước), bị nước cuốn đi. Phương pháp này dùng nước nhiều, công suất tiêu hao lớn, chi phí vận hành cao. Thiết bị thường dùng là tháp phun, tháp đệm, bộ phận rửa kiểu ly tâm, bộ phận rửa kiểu phun v.v.

3. Hút bụi lọc

Phương pháp hút bụi lọc là cho dòng khí đi vào nguyên liệu lọc, bụi được giữ lại. Thông thường sử dụng bộ phận lọc kiểu túi, có thể xử lý nồng độ bụi thấp, khí có hạt bụi có đường kính rất nhỏ ($0,1 - 0,2 \mu\text{m}$), hiệu suất khử bụi 90 – 99%. Thiết bị này chiếm diện tích lớn, chi phí cao, không xử lý được dòng khí bụi có độ ẩm cao hoặc có chất ăn mòn mạnh.

II. XỬ LÝ LÀM SẠCH KHÍ NO₂

Trong quá trình tẩy axit (công nghệ xử dụng HNO_3), lượng khí NO₂ bay ra nhiều, tính kích thích lớn. Khí NO₂ là chất khí ăn mòn mạnh. Phương pháp xử lý thường dùng gồm hai phương pháp: phương pháp khô và phương pháp ướt. Phương pháp ướt có phương pháp hấp thu kiềm, hấp thu amôniac, hấp thu nước, hấp thu hai cấp kiềm, amôniac. Phương pháp khô gồm phương pháp khử xúc tác, hấp phụ than hoạt tính.

1. Phương pháp hấp thụ nước

Phương pháp hấp thụ nước là phương pháp hấp thụ NO₂ trong khí thải bằng nước hoặc dung dịch. Phương pháp này đơn giản, đầu tư ít.

(1) Phương pháp hấp thụ kiềm

Khí NO₂ thuộc dòng khí axit, có thể hấp thụ bằng dung dịch NaOH 30% hoặc Na_2CO_3 10 – 15%, cũng có thể dùng dung dịch phế thải tẩy dầu tính kiềm trong sản xuất mía. Tiến hành phản ứng hấp thụ trong 2 – 3 tháp phản ứng đệm nối tiếp nhau. Phương pháp này có thể hấp thụ khí NO₂, có hiệu suất 80 – 90%. Trong quá trình hấp thụ, tiến hành phản ứng sinh thành muối NaNO_3 và NaNO_2 , sau khi bay hơi, kết tinh, phân ly, có thể sử dụng lại được.

(2) Phương pháp hấp thụ nước

Dùng nước để hấp thụ dòng khí NO₂, hiệu suất hấp thụ thấp. Thông thường dùng Ure để kiểm chế dòng khí NO₂, khí NO₂ còn lại được hấp thụ nước.

(3) Phương pháp hấp thụ amôniắc

Tiến hành hấp thụ phun NH_4OH 3 – 5% với dòng khí thải, sinh thành muối NH_4NO_3 và NH_4NO_2 . khi hàm lượng tổng của hai chất này đạt đến 12%, cho vào bể chứa, có thể dùng làm phân bón.

(4) Phương pháp hấp thụ NaOH, H_2O_2 , Na_2S

Dùng Na_2S làm chất khử để loại bỏ khí NO₂, trước tiên khí có NO₂ được hấp thụ bằng NaOH, làm giảm nồng độ khí NO₂, đi qua cấp thứ hai H_2O_2 , làm cho NO ôxi hóa

thành NO_2 , để nâng cao độ hấp thụ NO_2 , cấp ba là khử bằng Na_2S . khi nồng độ NO_2 cao, hệ số hấp thụ trên 94%.

2. Phương pháp khô hấp thụ bằng than hoạt tính

Phương pháp khô hấp thụ bằng than hoạt tính là phương pháp làm sạch dùng chất hấp phụ, tiến hành hấp phụ hóa học hoặc vật lý. Chất hấp phụ là than hoạt tính, là chất có diện tích bề mặt lớn, không chỉ có tác dụng hấp phụ, còn có tác dụng khử. Khi nhiệt độ cao, độ ẩm cao, phân tử nước có thể thay thế phân tử NO_2 đã hấp phụ. Vì thế, khi than hoạt tính đã hấp phụ bão hòa, có thể dùng hơi nước già nhiệt hoặc nước sôi làm cho NO_2 thoát ra mà tái sinh.

III. XỬ LÝ BỤI MÙ AXIT CRÔM

Trong quá trình mạ crôm, sinh ra nhiều khí hydrô, ôxi. Những chất khí này bay ra, mang theo axit crôm. Gia nhiệt mạ crôm, khi dung dịch bay hơi cũng mang theo axit, làm ô nhiễm môi trường. Hiện nay, phương pháp xử lý bụi crôm có hai loại: bộ phận làm sạch bụi crôm, kiềm chế bụi crôm.

1. Máy làm sạch bụi mù mù axit crôm

Máy làm sạch bụi mù mù axit crôm có thiết bị lợi dụng sự giảm áp khi quạt hút đẩy ra, bụi mù crôm chịu trả lực mà lắng xuống, tách ra khỏi khí. Máy thu hồi crôm kiểu mát lưới có hiệu suất cao, trả lực ít, cấu tạo đơn giản, dễ quản lý bảo dưỡng, cho nên được dùng rộng rãi, nhưng chi phí cao, diện tích tiêu thụ nhiều.

2. Phương pháp kiềm chế bụi mù crôm

(1) Chất hoạt tính bê mặt F – 53

Chất hoạt tính bê mặt F – 53 là chất hoạt tính bê mặt tốt cấu tạo hóa học ổn định, chịu nhiệt độ cao, chịu chất ôxi hóa mạnh, chịu điện phân, nứt phản ứng ở nhiệt độ $200 - 250^\circ\text{C}$, có dạng bột màu trắng. Khi cho vào dung dịch mạ, chất kiềm chế sẽ hấp phụ trên bê mặt tiếp xúc giữa chất lỏng và khí, hình thành lớp màng bền chắc, làm sức căng bê mặt giảm đi, làm tăng bê mặt tiếp xúc giữa chất lỏng và không khí.

Khi mạ crôm trên anôt, catôt có nhiều bột khí hydrô, ôxi, khi những bột khí này thoát ra khỏi bê mặt dung dịch, có tác dụng khuấy trộn dung dịch và mang theo bụi mù axit crôm.

Khi cho chất F – 53 có tác dụng tạo bọt, do tác dụng khuấy trộn, sinh ra rất nhiều bọt nhỏ. Độ lớn của bọt tăng lên khi hàm lượng chất F – 53 giảm đi.

Khi bột khí hydrô, ôxi bị chắn bởi lớp bột trên bê mặt dung dịch. Hai nhô bụi mù crôm, do sự va chạm với lớp bột, tập trung thành giọt nhỏ lớn. Khi những giọt nhỏ tăng nhiều, dưới tác dụng của trọng lực, quay trở lại dung dịch mạ, cuối cùng bụi mù crôm bị kiềm chế trong bê mặt. Do sức căng giảm, khi bột khí bị phá vỡ, cũng không đủ năng lượng

dễ đem bụi mù crôm vào không khí, kích thước phân tử bụi khí hyđrô, ôxi rất nhỏ, cho nên có thể dễ dàng đi qua lỗ xóp lớp bụi, bay ra ngoài. Hàm lượng chất F – 53 càng cao, lớp bụi sinh ra càng dày.

Cho chất F – 53, điều kiện công nghệ vốn có không thay đổi, nhưng làm giảm ô nhiễm không khí trong phán xưởng, bảo đảm sức khỏe công nhân, giảm tiếng ồn, giảm thiết bị quạt hút, tiết kiệm năng lượng, tiết kiệm CrO₃, giảm chi phí bảo dưỡng.

(2) *Dùng quá cầu chất dẻo*

Quá cầu chất dẻo rỗng, đường kính 5 – 20 mm, được rái một lớp hoặc hai lớp trên bề mặt dung dịch ma, cũng có tác dụng kiểm chế. Quá cầu chất dẻo dùng nhựa policlovinyl hoặc polivinyl, khi lây chỉ tiết mạ ra không có ánh hưởng gì, dùng phương pháp này cũng rất tốt.

IV. KIỂM CHẾ BỤI MÙ AXIT KIỀM

Dùng phương pháp nhất định, làm cho bụi mù axit, kiềm thoát ra ít đi gọi là kiểm chế bụi mù axit kiềm. Do tác dụng tạo bọt của chất hoạt động bề mặt, kiểm chế bụi mù axit, kiềm. Trong quá trình sản xuất, do tác dụng hóa học hoặc điện hóa, sinh ra nhiều loại chất khí hyđrô, ôxi. Cho vào trong dung dịch, chất hoạt động bề mặt với hàm lượng nhất định, có tác dụng tạo bọt, lớp bọt nổi lên bề mặt, tạo thành nhiều lớp dày, kín, sự bay hơi của dung dịch và sự thoát ra của bụi mù axit, kiềm bị chặn lại, có tác dụng kiểm chế.

Natritauryl sunfat, chất nhũ hóa OP là chất kiểm chế sự bay hơi khi tẩy kẽm trong dung dịch axit HCl, H₂SO₄. Ure là chất kiểm chế rất hiệu quả khí NO₂, khi tẩy đồng trong dung dịch HNO₃, hỗn hợp axit hoặc tẩy lớp mạ không đạt chất lượng.

Chương 26

AN TOÀN VÀ VỆ SINH CÔNG NGHIỆP TRONG PHÂN XƯỞNG MẠ

I. NHỮNG HÓA CHẤT ĐỘC HẠI TRONG PHÂN XƯỞNG MẠ VÀ CÁCH XỬ LÝ

Công nghệ mạ dùng một lượng lớn các loại hóa chất khác nhau, trong đó có nhiều loại chất độc hoặc rất độc với sức khỏe con người. Đó là các chất axit, kiềm, dung môi hữu cơ, các kim loại nặng và muối của chúng, các chất xianua v.v. Độc nhất đối với sức khỏe con người là thủy ngân, chì, các hợp chất xianua, các dung môi, hữu cơ v.v. Nồng độ giới hạn cho phép các chất độc hại được quy định chất chẽ trong các tiêu chuẩn nhà nước.

Mỗi hóa chất sử dụng trong phân xưởng mạ phải được sắp xếp có trật tự, riêng biệt, mọi hóa chất phải có nhãn, bao bì đảm bảo chắc chắn.

1. Các chất axit HCl , H_2SO_4 , HNO_3

Axit H_2SO_4 đậm đặc rất nguy hiểm, ăn mòn rất mạnh, làm cháy da, thịt, gây những vết thương khó chữa. Nếu axit rơi vào da dùng vài khăn lau, rửa thật kỹ, trung hòa bằng dung dịch xà phòng, Na_2CO_3 hoặc $NaHCO_3$.

Axit HNO_3 đặc, bốc khói mạnh, độc hại đường hô hấp, tính chất độc hại cũng giống như H_2SO_4 , ăn da rất mạnh. Khi tẩy trong HNO_3 , sinh ra khí NO_2 rất độc, khí NO_2 kích thích đường hô hấp, gây viêm phế quản, viêm phổi, tê liệt thần kinh, hôn mê v.v. Vì vậy, khi bị nhiễm độc, phải đưa ra khỏi nơi làm việc, hít thở không khí trong lành, lúc cần thiết phải thở ôxi.

2. Các chất rắn $NaOH$, KOH , $Ca(OH)_2$

Các chất $NaOH$, KOH , là những chất kết tinh, hút ẩm mạnh, tan trong nước, phát nhiệt mạnh. Dung dịch $NaOH$ phá hủy giấy, gỗ, vải, phá hủy da, gây bỏng nguy hiểm.

Nếu $NaOH$ rơi vào da thì phải rửa bằng nước, sau đó rửa bằng axit axetic loãng 1% hoặc H_3BO_3 2%. Nếu uống nhầm $NaOH$ phải rửa dạ dày, cho uống thuốc nôn, uống axit axetic loãng để trung hòa.

3. Các chất xianua

$NaCN$, KCN hay khí HCN là những chất cực kỳ độc hại. Liều tử vong đối với xianua là 0,2 – 0,3 g, đối với HCN là 0,1 mg.

Khi bị ngộ độc xianua phải đưa ngay ra nơi thoáng gió, rửa da dâng bằng dung dịch thuốc tím 1 g/l KMnO₄, đưa ngay đến bệnh viện.

4. Các dung môi hữu cơ

Các dung môi hữu cơ như toluen, benzen nồng độ vượt quá giới hạn cho phép, gây ra các bệnh kinh niên, rối loạn hệ thống tuần hoàn và hệ thống thần kinh, gây tổn thương cho thận.

5. Đồng và hợp kim đồng

Đồng và hợp kim đồng khi nhiễm vào cơ thể gây viêm, sưng, nôn mửa, dây thần kinh giật, mạch yếu v.v. Xử lý bằng cách nôn, uống lòng trắng trứng

6. Kẽm và các hợp chất kẽm

Kẽm và các hợp chất kẽm gây vị chát, buồn nôn, hắt hơi, rất dạ dày, mạch không đều v.v. Xử lý bằng cách gây nôn, cho uống dung dịch soda loãng 5% hoặc sữa.

II. YÊU CẦU KHI THIẾT KẾ PHÂN XƯỞNG MẠ

Phân xưởng mạ có nhiều hóa chất độc hại, để bảo đảm sức khỏe, cần cải thiện điều kiện làm việc, không chế nồng độ không khí các loại hóa chất trong phạm vi quy định.

Xây dựng bố trí mặt bằng phân xưởng: Ngoài việc nghiên cứu quy trình công nghệ thuận lợi nhất, còn phải nghiên cứu đến tính chất độc hại của các bể mạ, các bể tẩy axit, các bể xianua v.v. Cho nên phân xưởng mạ thường chia làm nhiều gian khác nhau: gian tẩy axit, gian mạ nikén, gian mạ hợp kim, gian mạ crôm, gian mài đánh bóng, gian ôxi hóa v.v.

Máy mài đánh bóng phải có chụp hút nối với hệ thống quạt hút, để hút được các hạt bụi kim loại. Cần có cửa thuận lợi, để định kỳ làm sạch bụi trong đường ống. Các bể mạ độc hại, các bể tẩy có hơi axit, xianua v.v. phải có hệ thống hút độc tốt, bảo đảm kỹ thuật. Hệ thống hút độc axit và xianua không được chung với nhau, để tránh gây ra khí HCN rất độc.

Nhà cửa phân xưởng phải bảo đảm thoáng mát, có nhiều cửa sổ, sạch sẽ, cao ráo. Tốt nhất xây bằng gạch chịu axit, nền nghiêng về bồn pha, để thoát nước tốt, tường nhà cũng cần ốp bằng gạch chịu axit, cao từ 2,8 – 3,2 m kể từ mặt sàn.

Mương thoát nước đào thành hai hẽ: một hẽ dẫn axit, một hẽ dẫn xianua. Nếu có điều kiện toàn bộ trần nhà cần sơn lớp chịu axit.

III. AN TOÀN LÀM VIỆC

– Trước khi làm việc 10 – 15 phút, phải cho quai hút làm việc, để hút hơi độc. Kiểm tra các hệ thống máy móc, dây dẫn điện v.v. để bảo đảm an toàn về điện. Các thiết bị điện cần phải được tiếp đất tốt;

– Khi làm việc phải có đầy đủ trang bị bảo hộ: quần áo lao động, khẩu trang, gang tay cao su, ủng cao su v.v. Khi pha chế các dung dịch axit, kiềm, xianua phải đeo kính bảo hộ hay mặt nạ phòng độc;

- Khi pha chế axit phải tiến hành ở chỗ có quạt hút hoặc chỗ thoáng gió, rời từ từ axit vào nước, không được làm ngược lại vì sẽ gây tai nạn. Khi pha chế xianua, phải làm ở chỗ có quạt hút;
- Không được ăn uống, hút thuốc nơi làm việc;
- Thùng đựng xianua phải có nắp đậy kín, bể chứa xianua phải có quạt hút độc.
- Khi làm việc với xianua không được để rơi vãi xianua ra ngoài, không được nhúng tay vào xianua, không được đổ axit ra đường thoát xianua, để tránh sinh ra khí độc. Sau khi làm việc với xianua, phải thay quần áo làm việc, rửa tay bằng xà phòng sạch, tối nhất rửa trong dung dịch FeSO_4 để khử độc;
- Đối với những chất dễ cháy như xăng, dầu mỡ v.v. phải tránh lửa, không vứt tàn thuốc, diêm còn than hồng vào những chất trên;
- Vật mạ rơi xuống đáy bể dùng nam châm để vớt ra, vật bằng đồng, đồng kẽm dùng vợt sắt cán dài để mò vớt, không được dùng tay mò vớt;
- Các cầu cực ở bể mạ và các máng hút phải thường xuyên làm vệ sinh, để đảm bảo sạch sẽ bể mạ và hút độc tốt.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. *Sổ tay mạ điện, tập 1.* Nhà xuất bản Công nghiệp quốc phòng Trung Quốc, 1977.
2. *Sổ tay công nghệ mạ điện, tập 2.* Nhà xuất bản Công nghiệp cơ khí Trung Quốc, 1990.
3. *Sổ tay thao tác thực tế mạ điện.* Nhà xuất bản Khoa học kỹ thuật Liêu Ninh, Thành Dương, Trung Quốc, 2007.

SÓ TAY CÔNG NGHỆ MẠ ĐIỆN

NHÀ XUẤT BẢN BÁCH KHOA – HÀ NỘI

Số 1 - Đại Cồ Việt - Hai Bà Trưng - Hà Nội

ĐT: 04. 38684569; 04. 22410605; 04. 22410608; Fax: 04. 38684570

Chịu trách nhiệm xuất bản:

Giám đốc – Tổng biên tập: PHÙNG LAN HƯƠNG

Chịu trách nhiệm nội dung:

NGUYỄN VĂN LỌC

Biên tập kỹ thuật: ĐỖ THANH THÚY

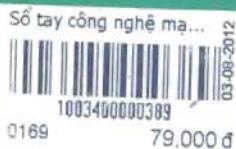
Chép bản: TRẦN HƯƠNG LY

Trình bày bìa: ĐÀO MINH ANH

In 500 cuốn khổ 16 × 24cm tại Công ty TNHH Thương mại Hải Anh.

Giấy xác nhận đăng ký kế hoạch xuất bản số: 47-2010/CXB/728-01/BKHN, do Cục Xuất bản cấp ngày 8/1/2010.

In xong và nộp lưu chiểu quý I năm 2011.



Gia: 79.000 VNĐ