

			14	1
Гальваническое серебрение			А	
<p>Технологическая инструкция на процесс Гальваническое серебрение</p>				
Дата введения: 10.06.2021				
			<i>Разработал</i>	
			<i>Проверил</i>	
			<i>Н. контроль</i>	
ТИ	Титульный лист			

Содержание

1. Введение.....	3
2. Общие указания.....	3
3. Технические требования.....	4
4. Содержание операций технологического процесса.....	5
5. Приготовление, корректирование и замена растворов технологического процесса	7
6. Аналитическая часть.....	9
7. Возможные неполадки и способы их устранения.....	12
Приложение А (обязательное) Требования безопасности.....	13

1. Введение.

Технологический процесс гальванического серебрения обеспечивает осаждение равномерного матового покрытия серебра чистоты 99,99 % белого цвета или блестящего покрытия серебра при добавлении блескообразующих добавок. Для процесса гальванического серебрения используется щелочной дицианоаргентатный электролит, не содержащий в своем составе свободных цианид-ионов.

Преимущества процесса гальванического серебрения:

- Применение покрытия серебра как в декоративных целях, так и для технических изделий;
- Серебряное покрытие обладает чистотой 99,99%, что позволяет использовать покрытие для электротехнического назначения;
- Электролит гальванического серебрения позволяет вести процесс с растворимыми серебряными анодами, что исключает постоянную корректировку по соли серебра;
- Возможность проведение процесса гальванического серебрения при повышенных плотностях тока до 2 А/дм²;
- Возможность нанесения как матового, так и блестящего покрытия серебра;
- Электролит не содержит в своем составе свободных цианид-ионов.

2. Общие указания.

- 2.1. Производить монтаж, демонтаж и контроль изделий в чистых перчатках (резиновых или хлопчатобумажных) или напальчниках.
- 2.2. Поддерживать уровень растворов в ваннах над изделиями не менее 10 см.
- 2.3. Менять воду в промывных ваннах перед началом работы.
- 2.4. По окончании работы все технологические ванны закрывать крышками.
- 2.5. Проводить анализы, замену и корректировку растворов согласно графику.
- 2.6. Отбирать пробы растворов на химический анализ после доведения ванн до уровня

и тщательного перемешивания.

2.7. Регистрировать в специальном журнале приготовление, смену растворов и их корректировку с указанием даты проведения работ и результатов анализа.

2.8. Проводить раз в неделю профилактические работы на линии (отмывка поверхности ванн, бортотсосов, зачистка анодных штанг и т.д.).

3. Технические требования.

3.1. Вода, применяемая для промывки, должна соответствовать категории 2 по ГОСТ Р 58431-2019.

3.2. Кратность обмена воды в промывочных ваннах должна быть не менее 2-х объемов в час.

3.3. Для отмывки ванн перед заправкой и для приготовления растворов и электролитов использовать только воду 3 категории по ГОСТ Р 58431-2019.

3.4. Аноды, применяемые для процесса гальванического серебрения, использовать марки Ср 999,9 Ан по ГОСТ 25474-82.

3.5. Новые аноды перед применением подготовить:

- очистить содой кальцинированной, смоченной водой;
- промыть горячей и холодной проточной водой.

3.6. Серебряные аноды в электролит завешивать непосредственно перед началом работы. Нахождение анодов в электролите приводит к их постепенному незначительному растворению, в связи с особенностью состава электролита. Растворенный металл при этом переходит в электролит. Аноды в рабочем состоянии светло-белого цвета.

3.7. После окончания работы аноды из электролита следует извлечь, промыть в ванне улавливания, затем тщательно промыть в проточной воде и высушить.

3.8. Катодные ловители, места крепления анодов, крючки и подвесы должны быть зачищены и не содержать следов коррозии.

3.9. Расстояние от анода до катода должно быть не менее 200 мм.

Требования к оборудованию технологических ванн:

	Декапирование	Гальваническое серебрение
Ванны	Полипропилен РР-Н, ПВХ	Полипропилен РР-Н, ПВХ
Вентиляция	Требуется	Требуется
Нагреватели	-	Тефлон
Фильтрация / циркуляция	-	Фильтрация постоянная 3-4 об/час, картридж РР 10 мкм.
Охлаждение	Не требуется	Не требуется
Аноды	-	марки Ср 999,9 Ан по ГОСТ 25474-82
Анодно-катодное отношение	-	1:1 – 4:1

4. Содержание операций технологического процесса**4.1. Краткая схема технологического процесса.**

Технологическая операция	Температура, °С	Время, мин
Декапирование	не регл.	0,5-1
Каскадная промывка	не регл.	1-2
Промывка в деионизованной воде (при наличии)	не регл.	0,5-1
Гальваническое серебрение	20-26	до достижения требуемой толщины по КД
Улавливание	не регл.	1-2
Каскадная промывка	не регл.	1-2
Сушка	50-60	5-7

4.2. Операции технологического процесса.**4.2.1. Декапирование.**

Температура	не рeгл.
Время	0,5 – 1 мин

4.2.2. Промывка каскадная проточной водой.

Температура	не рeгл.
Время	общее: 1 – 2 мин (0,5-1 мин в каждом каскаде)

4.2.3. Промывка деионизованной водой (при наличии).

Температура	не рeгл.
Время	0,5 – 1 мин

4.2.4. Гальваническое серебрение.

Температура	20 – 26 °С
Катодная плотность тока	1,0-2,0 А/дм ² Загрузка под током
Скорость осаждения	38 мкм/час (при $i = 1,0$ А/дм ²) 76 мкм/час (при $i = 2,0$ А/дм ²)
Время	Для обеспечения толщины по КД
рН	не регламентируется
Фильтрация	Постоянная

Визуальный контроль.

Внешний вид серебряного покрытия регламентирован ГОСТ 9.301-86, цвет серебряного покрытия серебристо-белый.

Контроль толщины серебряного покрытия осуществляется при помощи рентгено-флюоресцентного метода.

4.2.5. Улавливание.

Температура	не регл.
Время	1 – 2 мин

4.2.6. Каскадная промывка проточной холодной водой.

Температура	не регл.
Время	общее: 1 – 2 мин (0,5-1 мин в каждом каскаде)

4.2.7. Сушка.

Температура	50 – 60°C
Время	5 – 7 мин

5. Приготовление, корректирование и замена растворов процесса**5.1. Состав, корректирование и замена раствора декапирования.**

Серная кислота, хч ($d=1,84 \text{ г/см}^3$) ГОСТ 4204-77	50-100 г/л
---	------------

Добавлять в порядке перечисления, хорошо перемешивая компоненты:

Состав на 100 л	Объем, л
Деионизованная вода ($\leq 5 \text{ мкСм/см}$)	75
Серная кислота, хч ($d=1,84 \text{ г/см}^3$) ГОСТ 4204-77*	5
Деионизованная вода ($\leq 5 \text{ мкСм/см}$)	До уровня

** Необходимо соблюдать меры предосторожности при работе с кислотой, использовать защитную одежду и очки! Серная кислота должна быть прозрачной.*

Приготовление раствора декапирования:

Заполнить ванну на 3/4 от требуемого объема водой, ввести малыми порциями при пе-

ремешивании серную кислоту (плотность 1,84 г/см³) из расчета 50-100 г/л, довести раствор водой до требуемого объема и перемешать.

Корректирование раствора декапирования:

Уровень раствора в ванне декапирования следует поддерживать дистиллированной (деионизованной) водой.

После использования в течение 6 месяцев, раствор декапирования следует заменить.

5.2. Состав и корректирование электролита серебрения.

Электролит серебрения в состоянии поставки готовый к использованию, позволяет осаждать матовые серебряные осадки.

Для получения блестящих покрытий необходимо ввести выравнивающую и блескообразующую добавки:

Выравнивающая добавка	9 мл/л
Блескообразующая добавка	0,5 мл/л

Корректирование электролита серебрения:

Расход электролита серебрения на унос и испарение пополнять дистиллированной водой.

Контролировать содержание компонентов в электролите в соответствии с таблицей:

Компоненты	Проведение корректирования	Концентрация	
		Значение	Оптимальное значение
Серебро (по металлу)	по результатам хим. анализа	40-50 г/л	45 г/л
Калий роданистый	по результатам хим. анализа	200-250 г/л	230 г/л
Выравнивающая добавка	При снижении блеска	7-11 мл/л	9 мл/л
Блескообразующая добавка	16-18 мл/л через каждые 200 А·ч/литр	0,3-0,7 мл/л	0,5 мл/л

6. Аналитическая часть.**6.1. Анализ электролита серебрения.****6.1.1. Определение содержания серебра.***Посуда:*

- Пипетка емкостью 5, 10 мл;
- Колба коническая емкостью 250 мл;
- Цилиндр, мензурка емкостью 25 мл;
- Бюретка емкостью 10 мл.

Реактивы:

- Азотная кислота пл. 1,4 г/см³;
- Серная кислота пл. 1,84 г/см³;
- Аммоний роданистый 0,1 Н раствор, приготовленный из стандарт-титра, допускается использование - калий роданистый 0,1 Н раствор;
- Железоаммонийные квасцы насыщенный раствор (растворить 50 г железоаммонийных квасцов в 50-80 мл дистиллированной воды, полученный раствор отфильтровать и добавить 2,5 мл серной кислоты (пл. 1,84), довести раствор до объема 100 мл дистиллированной водой).

Ход анализа:

5 мл электролита поместить в коническую термостойкую колбу, прилить 15 мл серной кислоты, после этого добавить аккуратно по каплям при перемешивании 5 мл азотной кислоты, накрыть колбу часовым стеклом. Раствор выдержать при нагревании до появления белых паров, после чего раствор охладить, разбавить водой до 100-150 мл и добавить 2 мл насыщенного раствора железоаммонийных квасцов. Титровать 0,1 Н раствором аммония роданистого (калия роданистого) небольшими порциями при постоянном взбалтывании, до появления не исчезающей оранжевой окраски жидкости над осадком.

Расчет:

$$Ag, \text{ г/л} = a \cdot T \cdot K \cdot 1000 / m,$$

где: а - объем 0,1 Н аммония роданистого, израсходованный на титрование, мл;

Т - титр 0,1 Н раствора аммония роданистого (калия роданистого) по серебру (0,010787), г/мл;

m - объем электролита, взятый на анализ, мл;

К - поправочный коэффициент к 0,1 Н раствору аммония роданистого (калия роданистого).

Норма: 40-50 г/л серебра.

Определение поправочного коэффициента к 0,1 Н раствору аммония роданистого.

Посуда:

Пипетки емкостью 1, 10 мл;

Колба коническая емкостью 250 мл;

Цилиндр, мензурка емкостью 25 мл;

Бюретка емкостью 25 мл.

Реактивы:

Азотная кислота 25% раствор;

Азотнокислое серебро 0,1 Н раствор;

Аммоний роданистый (калий роданистый) 0,1 Н раствор, приготовленный из стандарт-титра;

Железоаммонийные квасцы насыщенный раствор.

Ход анализа:

Отобрать 10 мл 0,1 Н раствора аммония роданистого (калия роданистого) в коническую колбу прилить 10 мл 25% раствора азотной кислоты и добавить 1 мл насыщенного раствора железоммонийных квасцов. Титровать 0,1 Н раствором азотнокислого серебра небольшими порциями при постоянном взбалтывании, до обесцвечивания.

Расчет:

$$K = V_1 / V_2$$

Где: V_1 – объем 0,1 Н раствора аммония роданистого (калия роданистого), мл;

V_2 – объем 0,1 Н раствора азотнокислого серебра, мл.

6.1.2. Определение содержания калия роданистого.

Посуда:

Пипетки емкостью 1, 5 мл;

Колба мерная емкостью 100 мл;

Колба коническая емкостью 250 мл;

Мензурка емкостью 50 мл;

Бюретка емкостью 25 мл.

Реактивы:

Калий перманганат 0,1 Н раствор, приготовленный из стандарт-титра;

Соляная кислота плотностью 1,19 г/см³.

Ход анализа:

Отобрать 10 мл электролита серебрения в мерную колбу емкостью 100 мл, довести до уровня дистиллированной водой, тщательно перемешать. Отобрать 1 мл разбавленного электролита в коническую колбу. Добавить 5 мл соляной кислоты, 50 мл деионизованной воды, перемешать. Титровать 0,1Н раствором перманганата калия до розовой окраски, не исчезающей в течение 30 секунд.

Расчет:

$$\text{Калий роданистый} = (a \cdot T \cdot 1000) / m,$$

где: a - объем 0,1 Н перманганата калия, израсходованный на титрование, мл;

T - титр 0,1 Н раствора перманганата калия по калию роданистому (0,001619), г/мл;

m - объем электролита, взятый на анализ, мл;

Норма: 200-250 г/л калия роданистого.

7. Основные неполадки и методы их устранения

Характер неполадок	Возможные причины	Способ устранения
Покрытие крупнокристаллическое, рыхлое, с потемнением	Высокая катодная плотность тока	Снизить плотность тока
	Пониженная концентрация серебра в электролите серебрения	Корректировка содержания серебра
	Пониженная температура	Отрегулировать температуру до рабочих значений
На выступающих краях изделий подгары	Высокая катодная плотность тока	Снизить плотность тока, по возможности применить экраны
На поверхности изделий есть непокрытые серебром области, покрытие серебра с отслоениями	Плохая подготовка поверхности перед покрытием	Замена раствора декапирования, загрузка под током
Пассивация анода, анод приобретает темно-серую окраску	Уменьшена анодная площадь поверхности	Увеличить количество анодной площади

**Приложение А.
(обязательное)
Требования безопасности.**

1. При проведении работ по настоящей инструкции должны выполняться требования охраны труда, пожарной безопасности и производственной санитарии в соответствии с санитарными правилами СП-2.2.2.1327-03 «Гигиенические требования к организации технологических производств, производственному оборудованию и рабочему инструменту».
2. При подключении и эксплуатации нагревательных приборов должны выполняться требования и указания эксплуатационных документов
3. В целях нормализации воздуха рабочей зоны, предупреждения отравления и воздействия общетоксичных веществ при работе с химическими растворами необходимо предусмотреть общеобменную приточно-вытяжную вентиляцию в рабочем помещении в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88, ГОСТ 12.4.021-75;
4. Обеспечение содержания вредных веществ в воздух рабочей зоны, не более предельно допустимых концентраций (ПДК), приведенных в таблице соответствующих ТУ на применяемые химические материалы;
5. Средства индивидуальной защиты (халаты х/б по ГОСТ 12.4.131-83, ГОСТ 12.4.132-83, перчатки резиновые по ГОСТ 20010-93, защитные очки по ГОСТ 12.4.013-97);
6. Соблюдение общих требований безопасности по ГОСТ 12.1.007-76;
7. Соблюдение «Гигиенических требований к организации технологических процессов, производственному оборудованию и рабочему инструменту» СП 2.2.2.1327-03.

Лист регистрации изменений

Изм.	№ раздела	Номер листов (страниц)				Всего листов (страниц)	№ документа	Подпись	Дата
		Измененных	Замененных	Новых	Аннулированных				