

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Кузбасский государственный технический университет
имени Т. Ф. Горбачева»

Кафедра энергоресурсосберегающих процессов
в химической и нефтегазовой технологиях

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ НИКЕЛИРОВАНИЕ

Методические указания к лабораторной работе № 9
по дисциплине «Защита металлов от коррозии» для обучающихся
направления подготовки бакалавра
18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической
технологии, нефтехимии и биотехнологии»
дневной и заочной формы обучения

Рекомендовано учебно-методической комиссией
направления подготовки бакалавров
18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в
химической технологии, нефтехимии и биотехнологии»
и в качестве электронного издания
для выполнения лабораторной работы

Кемерово 2023

Рецензент:

Михайлов Г. С. – доцент кафедры энергоресурсосберегающих процессов в химической и нефтегазовой технологиях.

Старикова Елена Юрьевна.

Электрохимическое никелирование : методические указания к лабораторной работе № 9 по дисциплине “Защита металлов от коррозии” для обучающихся направления подготовки бакалавров 18.03.02 “Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии”, очной и заочной форм обучения / Е. Ю. Старикова. – Электрон. дан. – Кемерово : Кузбасский государственный технический университет имени Т. Ф. Горбачева, 2023. – Систем. требования: Pentium III; ОЗУ 8 Мб; Windows 07; мышь. – Загл. с экрана.

Составлены с целью оказания методической помощи при выполнении лабораторной работы по дисциплине “Защита металлов от коррозии”. Содержат теоретические положения, методику выполнения работы и контрольные вопросы. Приведен список литературы.

© Кузбасский государственный
технический университет
имени Т. Ф. Горбачева, 2023
© Старикова Е. Ю.,
составление, 2023.

Цель работы

Целью работы является исследование процесса электрохимического никелирования при различных параметрах, получение качественного покрытия никеля на стальной пластине. Определение оптимальных параметров для качественного покрытия.

1. Теоретические положения

Никелирование — самый популярный гальванотехнический процесс. Привлекательный вид, высокая коррозионная стойкость и механические свойства говорят в пользу более широкого применения никеля с декоративно-защитными и функциональными целями. Для защиты от атмосферной коррозии изделий, находящихся в помещении, достаточно покрытия толщиной 8-15 мкм, а для изделий на открытом воздухе толщина покрытия должна составлять 20-40 мкм. Никелирование получило широкое применение в химической промышленности толщиной покрытия без подслоя меди до 0,20-0,30 мкм.

Никель — металл серебристо-белого цвета с удельным весом 8,9 и температурой плавления 1452° С. Микротвердость электролитически осажденных и химических никелевых покрытий зависит от состава электролита. Никель обладает стойкостью на воздухе, в растворах щелочей и в некоторых кислотах.

Никель в паре с железом является катодом, так как имеет более электроположительный потенциал, чем железо, Никель может защищать сталь только механическим путем, следовательно, покрытие не должно иметь пор и должно иметь большую толщину — 20-25 мкм. Поэтому никелирование как защитно-декоративное покрытия применяют обычно с подслоем меди. Для получения беспористых покрытий используют попеременное осаждение нескольких слоев металлов, у таких многослойных покрытий поры каждого слоя обычно не совпадают. Кроме того, многослойные покрытия позволяют снизить удельный расход никеля за счет более дешевой меди.

Никелевые покрытия хорошо полируются до зеркального блеска и приобретают красивую декоративную внешность, не изменяются от времени.

Для никелирования применяют сульфатно-хлоридные, сульфаматные, борфторидные, хлоридные электролиты. Наибольшее распространение получили сульфатно-хлоридные электролиты.

Электролиты никелирования очень чувствительны к загрязнениям примесями некоторых металлов, таких, как медь, цинк, железо, свинец, вредное влияние которых сказывается уже при очень малом содержании их в растворе.

Катодный и анодный процессы очень чувствительны к концентрации ионов водорода, которая должна соответствовать $ph = 2,8-5,8$. На катоде одновременно с никелем всегда выделяется водород. С уменьшением значения ph в объеме раствора выход по току никеля падает, при повышенных значениях ph составляет 95-96 %. В прикатодном слое значение ph выше, чем в объеме, при этом могут образовываться гидроксиды и основные соли никеля. Последние включаются в катодный осадок и ухудшают его качество. Для поддержания постоянства ph и предотвращения образования гидроксида никеля в прикатодном слое в электролит никелирования вводят добавки, сообщающие ему буферные свойства, например борную кислоту. Более эффективными буферными добавками являются некоторые насыщенные дикарбоновые кислоты, такие, как янтарная кислота или ацетат никеля.

Выход по току никеля кроме кислотности электролита зависит от природы буферной добавки и температуры – возрастает с повышением последней.

2. Методика и порядок проведения работы

В лабораторной работе исследуется процесс электрохимического никелирования стальных образцов в кислом растворе, в 1 литре которого содержится 280г $NiSO_4 \times 7H_2O$, 50г $NiCl_2 \times 6H_2O$ и 30г H_3BO_3 , $ph = 4$.

В качестве анода и катода используются стальные пластины. При выполнении работы исследуется влияние температуры

электролита, плотности тока и времени процесса на толщину и качество покрытия и выход по току.

Контроль внешнего вида покрытия выполняется в соответствии с ГОСТом 9.302-88 “Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Правила приемки и методы контроля”.

а. Получение никелевого покрытия

Перед началом электролиза с помощью *ph*-метра определяют кислотность электролита. Если необходимо, электролит подкисляют до значения $ph = 4$ добавлением 1 н. раствора серной кислоты, а подщелачивают – карбонатом никеля при нагревании с последующим фильтрованием. В процессе электролиза контролируют температуру электролита.

Принципиальная схема установки для проведения электролиза приведена на рисунке.

Термостат 1 заполняют до половины холодной водой. В стеклянный стакан 3 наливают электролит для никелирования (0,8 л) и ставят стакан в термостат. Стальные образцы зачищают наждачной бумагой (крупной, затем мелкой), промывают горячей водой с кальцинированной содой, затем ополаскивают холодной водой, просушивают в сушильном шкафу. Измеряют размеры образцов штангенциркулем, обезжиривают их ацетоном и взвешивают на аналитических весах.

Подготовленные образцы закрепляют в катодной 7 и анодной клеммах 6. Крышкой 2 с закрепленными катодами и анодом осторожно закрывают термостат. Подключают источник питания 8 и устанавливают переключатель напряжения в заданное положение. При проведении опыта измеряют температуру электролита с помощью термометра 4 и силу тока с помощью амперметра на источнике питания. Продолжительность никелирования 30-60 мин, плотность тока 0,012-0,052 А/см².

По истечении заданного времени выключают ток, осторожно поднимают крышку с электродами и закрепляют ее на штативе 5, отсоединяют стальной анод 6, промывают холодной

водой, сушат фильтровальной бумагой и в сушильном шкафу при температуре 100-120 °С. Высушенные образцы взвешивают на аналитических весах и определяют размеры полученного покрытия.

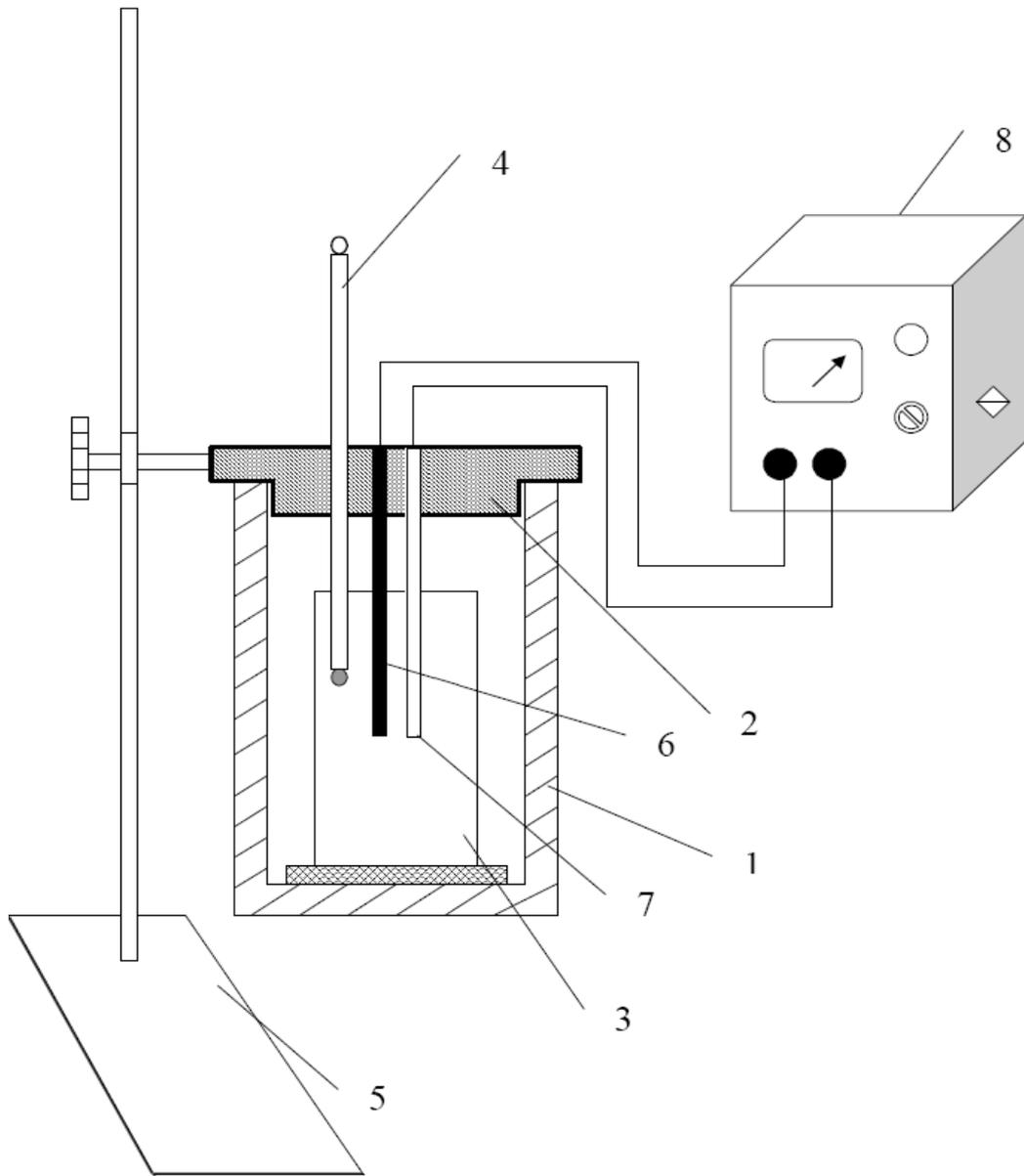


Схема установки для гальванического никелирования

1 – термостат; 2 – крышка термостата; 3 – стеклянный стакан с раствором электролита; 4 – термометр; 5 – штатив; 6 – стальной анод; 7 – стальной катод; 8 – источник постоянного тока

в. Определение защитных свойств покрытия

Качественные покрытия должны получаться светлыми, плотными, гладкими, без видимых дефектов. Первоначально качество покрытия оценивают на основании внешнего осмотра с помощью лупы при освещенности не менее 30 лк.

Пористость полученного покрытия определяют наложением фильтровальной бумаги, пропитанной раствором $K_3Fe(CN_6)$ (10 г/л) + NaCl (20 г/л) таким образом, чтобы между поверхностью образца и бумагой не оставалось пузырьков воздуха. Наложенную бумагу выдерживают 5 мин, затем снимают, промывают струей дистиллированной воды и просушивают на чистом стекле. Отпечатки пор появляются в виде точек или пятен

3. Обработка экспериментальных данных

Средний выход металла по току рассчитывают по формуле

$$\eta = \frac{m}{I\tau C} \cdot 100\% , \quad (1)$$

где m – масса фактически выделившегося металла, г; I – сила тока А; τ – продолжительность никелирование, ч; C – электрохимический эквивалент осаждаемого металла, г/(А·ч); для никеля $C = 1,095$ г/(А·ч).

Толщину слоя покрытия вычисляют по формулам

$$h = \frac{i_k \tau C \eta 10000}{\rho} , \text{ мкм}; \quad (2)$$

где h – толщина покрытия, мкм; ρ – плотность никеля, г/см³; i_k – катодная плотность тока, А/см²,

$$h = \frac{m}{S\rho} 10000 , \text{ мкм}, \quad (3)$$

где S – поверхность полученного никелевого покрытия, см².

Результаты расчетов сводят в таблицу.

Таблица

№ опыта	
Номер образца	
Размеры образца	
Поверхность полученного покрытия, см ²	
Начальная масса образца, г	
Конечная масса образца, г	
Масса выделившегося металла, г	
Температура электролита, °С	
Сила тока, I, А	
Время электролиза, ч	
Плотность тока, А/дм ²	
Средний выход металла по току, %, ф. (1)	
Толщина покрытия, рассчитанная по ф. (2), мкм	
Толщина покрытия, рассчитанная по ф. (3), мкм	

4. Выводы по работе.

Приводится заключение о влиянии на толщину, качество никелевого покрытия и выход по току температуры электролита, времени электролиза и плотности катодного тока.

5. Правила безопасной работы

1. Проводить эксперимент обязательно в халате.
2. Сливать раствор для анодирования из стакана по окончании опыта обязательно в соответствующую склянку.
3. При попадании на руки раствора кислоты необходимо тщательно промыть их большим количеством проточной воды.
4. При попадании кислот на одежду и окружающие предметы – тщательно промывают водой.
5. Вынутый из клеммы анод необходимо сразу поместить в подготовленный стакан с водой, а затем тщательно промыть проточной водой.

6. Требования к отчету

Отчет оформляется на листах формата А4 (297×210 мм) с рамками и штампами и должен содержать:

- титульный лист установленного образца;
- цель работы и кратко изложенные теоретические положения;
- эскиз установки с краткой экспликацией;
- порядок выполнения работы;
- таблицу с результатами эксперимента;
- анализ результатов эксперимента и выводы по работе.

7. Контрольные вопросы

1. С какой целью наносят на поверхность стальных изделий никелевые покрытия?
2. В чем заключается электрохимический метод никелирования?
3. Каковы условия получения качественного покрытия?
4. Как определяется качество полученного никелевого покрытия?
5. Почему необходимо строго контролировать кислотность раствора?

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Семенова, И. В. Коррозия и защита от коррозии / И. В. Семенова, Г. М. Флорианович, А. В. Хорошилов. – 2-е изд. – М. : Физматлит, 2010. – 376 с.
2. Практикум по прикладной электрохимии / Под ред. В. Н. Кудрявцева – Л. : Химия, 1990. – 302 с.
3. Пахомов, В. С. Химическое сопротивление материалов и защита от коррозии / В. С. Пахомов, А. А. Шевченко – М. : Химия, 2009. – 444 с.