

УДК 544. 654. 2:546. 74

Антихович И. В., Черник А. А., Жарский И. М.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ОСАЖДЕНИЕ НИКЕЛЯ ИЗ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО СУЛЬФАТНО- ХЛОРИДНОГО ЭЛЕКТРОЛИТА В УСЛОВИЯХ ИМПУЛЬСНОГО ЭЛЕКТРОЛИЗА

*Белорусский государственный технологический университет,
Минск*

Электрохимическое никелирование широко применяют в промышленности как в виде самостоятельных покрытий, так и в качестве подслоя при нанесении многослойных покрытий. Существенным недостатком существующих технологий никелирования является применения повышенных температур (50-55 °С). Существующие электролиты работающие при более низких температурах не обеспечивают получения никелевых осадков требуемого качества.

Применение импульсного электролиза при электроосаждении металлов и сплавов позволяет расширить спектр их эксплуатационных свойств. Эффективность импульсного электролиза определяется не только большим числом регулируемых параметров, по сравнению с постоянным током, и особенностями изменения потенциала электрода, который положительно влияет на стадию переноса заряда, адсорбцию и кристаллизацию, кинетику процесса в целом [1].

Поэтому цель данной работы — применение импульсного электролиза для получения никелевых покрытий с требуемыми свойствами из низкотемпературного электролита.

Для исследований использовался электролит следующего состава, г/дм³: NiSO₄·7H₂O 140; Na₂SO₄·6H₂O 40; NaCl 5; H₃BO₃ 20; MgSO₄ 25; pH = 5-5,5; температура 20-35°С.

Кислотность (рН) электролита поддерживали рН-метром рН-150 с точностью ± 0,05. Уровень рН до нужного значения корректировали концентрированными серной кислотой и NaOH. Анодами служили пластины из металлургического никеля марки Н0. Качество покрытий определяли визуально. Перемешивание осуществляли магнитной мешалкой. Поляризация электродов осуществляется с помощью потенциостата ПИ 50-1. 1 в комплекте с программатором ПР-8 в потенциостатическом и гальваноста-

тическом режиме. Электрод сравнения — насыщенный хлорсеребряный.

Время электролиза при импульсном режиме рассчитывать по формуле:

$$\tau_2 = \frac{\rho \cdot \delta \cdot 10^{-4}}{i_{\text{эфф}} \cdot q \cdot \text{ВТ}}$$

где τ_2 — время электролиза, с; ρ — плотность, г/см³; δ — толщина покрытия, мкм; $i_{\text{эфф}}$ — эффективная плотность тока, А/см²; q — электрохимический эквивалент, $\frac{\text{г}}{\text{А} \cdot \text{ч}}$, ВТ — выход по

току.

Эффективная плотность тока рассчитывалась по формуле:

$$i_{\text{эфф}} = \varphi \cdot i_k = \frac{\tau_n \cdot i_k}{\tau_n + \tau_p}$$

где φ — скважность импульсного тока; i_k — катодная плотность тока в импульсе, А/дм², τ_n — время импульса, с; τ_p — время паузы, с.

Выход по току никеля в импульсном режиме рассчитывали по формуле:

$$\text{ВТ} = \frac{\Delta m}{q \cdot \varphi \cdot I_n \cdot \tau} \cdot 100\%$$

где: Δm — масса осажденного металла, г; q — электрохимический эквивалент никеля, ($q = 1,1$ г/А·ч)

Результаты осаждения никелевых покрытий в импульсном режиме представлены в таблице.

Технологические параметры осаждения никелевых покрытий в условиях импульсного электролиза в сульфатно-хлоридном электролите.

	имп. Ic, пауза 0,05 с $\varphi = 0,9524$	имп. Ic, пауза 0,1 с $\varphi = 0,9091$	имп. Ic, пауза 0,2 с $\varphi = 0,8333$	имп. Ic, пауза 0,5 с $\varphi = 0,6666$	имп. Ic, пауза 1 с $\varphi = 0,5$
$i_k = 1$					
ВТ, %	94,05	96,23	93	84,62	80,01
$V_{\text{ос}}$, мкм/мин	0,1845	0,1802	0,1598	0,1162	0,0826
пористость	19,75	17,75	36	38	41,5
$i_k = 2$					
ВТ, %	88,39	93,61	94,80	96,39	92,69
$V_{\text{ос}}$, мкм/мин	0,3469	0,3507	0,3255	0,2647	0,1909
пористость	11,75	18,25	18,5	33,75	35

Применение импульсного электролиза позволяет получать блестящие компактные, хорошо сцепленные с подложкой никелевые покрытия во всем изученном интервале скважности. При этом наибольший выход по току наблюдается при паузе 0,1 секунда при $i = 1 \text{ А/дм}^2$, в то же время i до 2 А/дм^2 к перераспределению скорости электродного процесса и электрокристаллизации никеля, таким образом что максимальный выход по току 96,4 % достигается при увеличении паузы до 0,5 секунд (скважность уменьшается).

Для выяснения при какой толщине покрытие получится беспористым проводили осаждение никелевых покрытий толщиной $5 \div 40 \text{ мкм}$ в условиях импульсного электролиза (импульс 1 с, пауза 0,05 с, $i_k = 2 \text{ А/дм}^2$).

Результат осаждения отражен на рисунке 2. Важным параметром любых гальванических покрытий и никелевых в частности является пористость. Как следует из рисунка 2 с увеличением толщины покрытия пористость монотонно уменьшается и при толщине 40 мкм покрытие становится практически беспористым со средним количеством пор 1 пора/см².

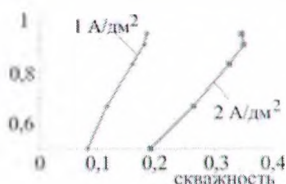


Рис. 1. Зависимость скорости осаждения никеля от скважности в электролите № 1 в импульсном режиме при $i = 1$ и 2 А/дм^2

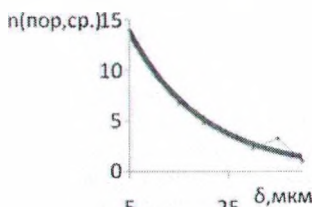


Рис. 2. Зависимость пористости никелевого покрытия от толщины в электролите № 1

Из рисунка 3 видно, что для получения менее пористого покрытия необходимо выбирать режимы с небольшой паузой (низкой скважностью $q = 0,9524$ или $0,9091$), т. к. с увеличением паузы пористость никелевого покрытия увеличивалась.

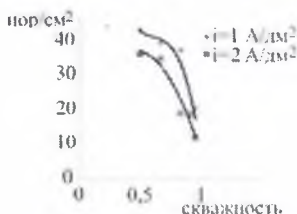


Рис. 3. Зависимость пористости от скважности в электролите № 1 при плотностях тока 1 и 2 А/дм^2

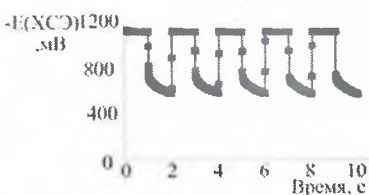


Рис. 4. Изменение потенциала E_{Ni} во времени в импульсном режиме в электролите № 1

Для режима импульс 1 секунда, пауза 1 секунда, $i = 2 \text{ А/дм}^2$ была снята зависимость $E(\tau)$ и представлена на рисунке 4. Из рисунка видно, что величина тока обмена и природа перенапряжения такова, что потенциал электрода быстро возвращается во время паузы к стационарному значению [2].

Таким образом в ходе работы установлено, что применение импульсного электролиза позволяет получать никелевые покрытия высокого качества при плотностях тока до 2 А/дм^2 .

Литература

1. Костин Н. А., Кублановский В. С., Заблудовский А. В. Импульсный электролиз. — Киев: Наукова думка. — 1989. — 168 с.

2. Гальванотехника и обработка поверхности, Пеганова Н. В., Цупак Т. Е. Электроосаждение никеля из разбавленного ацетатно-хлоридного электролита в импульсном режиме. — 2008. — № 4.

Antihovich I. V., Chernik A. A., Zharsky I. M.

Electrochemical deposition of nickel from low-temperature sulfate-chloride electrolyte under pulse electrolysis

Belarusian state technological university, Minsk

Summary

Were selected for study low -temperature electrolyte composition, g/dm^3 : $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 140; $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 40; NaCl 5; H_3BO_3 20; MgSO_4 25; $\text{pH} = 5-5,5$; $t = 20-35^\circ\text{C}$.

We studied the possibility of using pulsed electrolysis mode.