

А. А. Черник, ст. преподаватель; Е. О. Черник, инженер; И. М. Жарский, профессор

## ПРИМЕНЕНИЕ ИМПУЛЬСНОГО ЭЛЕКТРОЛИЗА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ СПЛАВА НИКЕЛЬ-ЖЕЛЕЗО

The article is devoted to problems of the use of pulse electrolysis at plated of an nickel-iron alloy. On the basis of the carried out researches the influence of parameters of pulse electrolysis on quality, hardness and gloss of received coverings is established. It is shown, that varying technological parameters in the investigated electrolyte it is possible to receive quality brilliant plates of an alloy iron-nickel with the various contents of components in an alloy.

Никель и сплавы на его основе получили широкое распространение для конструктивных целей благодаря специфическим свойствам. В последние годы сплавы на основе никеля находят применение для защиты металлических сооружений от коррозии, защиты от коррозии деталей машин, работающих в загрязненной атмосфере, а также для получения функциональных покрытий. Прочность и стойкость покрытий определяют надежность защиты покрываемых изделий от коррозии и их долговечность.

Вопросам интенсификации процессов получения никелевых покрытий в последнее время уделяется повышенное внимание со стороны разработчиков и потребителей процессов никелирования, в частности, в автомобильной промышленности, машино- и приборостроении. Это объясняется все возрастающими требованиями к защите автомобилей в целом и крепежа в том числе. Помимо этого, первостепенными являются вопросы повышения качества покрытий, а именно их прочности, износостойкости и долговечности. Вместе с этим в условиях современной промышленности важное значение имеет экономическая целесообразность, простота и эффективность применяемой технологии.

Одним из способов повышения качества никелевых покрытий является их легирование различными металлами. При этом в зависимости от применяемых легирующих компонентов значительно варьируются свойства покрытий.

Применение железа в качестве легирующей добавки представляется перспективным при получении никелевых покрытий электрохимическим методом [1]. Наряду с повышением прочности покрытий, такое легирование позволяет также уменьшить конечную стоимость покрытия вследствие применения дешевого железа вместо ценного металла – никеля [1, 2]. Для защиты деталей от коррозии возможна замена никелевых покрытий на железо-никелевые при условии, что последние не содержат более 40% железа.

Легированные никелевые покрытия представляют интерес и для предприятий нашей республики. Это связано с тем, что в ряде случаев такие покрытия возможно использовать не

только как защитные, но и как декоративные, вместо никелевых покрытий, ввиду высокой стоимости последних и дефицитности никелевого сырья. Сами блестящие сплавы железо-никель не пригодны для декоративных целей, так как по истечении некоторого времени они покрываются желтой пленкой, однако сплав железо-никель можно применять как подслоя для осаждения основного покрытия, что в конечном итоге позволяет достичь значительной экономии.

В данной работе исследуется осаждение покрытий Fe-Ni в импульсном и стационарном режимах. Особое внимание уделяется именно нестационарному режиму электролиза, так как применение импульсного тока позволяет намного сократить время осаждения за счет улучшения функциональных свойств осадка, а также во многих случаях позволяет управлять качеством и составом получаемого покрытия [3,4].

Целью работы является определение режимов импульсного электролиза скоростного осаждения сплава Ni-Fe с зеркальным блеском. Осаждение сплава проводили из электролита, содержащего, г/л:  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  – 6;  $\text{NiSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  – 218;  $\text{H}_3\text{BO}_3$  – 25;  $\text{NaCl}$  – 10; сахарин – 0,83; лаурилсульфат натрия – 0,42.

В качестве анодов применяли никель и железо. Во избежание загрязнения электролита анодным шламом аноды заключали в чехлы из ткани «хлорин». Отношение катодной и анодной площадей составляло 1:2.

Время осаждения определялось параметрами электролиза и толщиной покрытия. Как правило, толщина осаждаемого слоя составляла 100 мкм. При осаждении покрытий в импульсных режимах электролиза (пульсирующий ток) изменяемыми были следующие параметры: импульсная плотность тока ( $i_{\text{имп}}$ ), время паузы ( $\tau_{\text{п}}$ ) и время импульса ( $\tau_{\text{и}}$ ).

Импульсная поляризация осуществлялась потенциостатом марки ПИ-50-1.1 в комплекте с программатором ПР-8. Выход по току металла определяли гравиметрически – взвешиванием на весах марки ВЛР-200 с точностью  $10^{-5}$  г.

Внешний вид покрытий контролировался визуально и с помощью металлографического микроскопа стереоскопического марки МБС-10

с увеличением в 100 раз с последующим фотографированием образцов.

Определения содержания железа и никеля в сплавах осуществлялось методом кондуктометрического титрования комплексом III по методике [5].

На основании проведенных исследований установлено влияние параметров импульсного электролиза на качество, твердость и блеск получаемых покрытий. Установлено, что в исследованном электролите возможно получать качественные блестящие покрытия сплавом железо-никель с различным содержанием компонентов в сплаве, варьируя технологические параметры. В результате проведенных экспериментов выявлены оптимальные параметры проведения процесса с целью получения блестящих покрытий.

Полученные данные обобщены в виде графических зависимостей и таблиц, позволяющих осуществить выбор технологии осаждения для конкретного типа покрытия (в зависимости от требуемого процентного содержания железа в сплаве, необходимой твердости покрытия и внешнего вида).

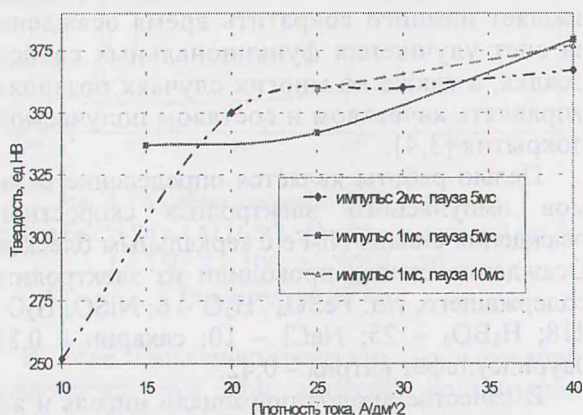


Рис. 1. Зависимость твердости покрытия от плотности тока при различных значениях времени импульса и времени паузы

Как следует из полученных данных (рис. 1), твердость покрытий увеличивается при увеличении плотности тока в импульсе. Кроме того, на рост твердости покрытия оказывает влияние длительность времени паузы (рис. 2). Это может быть обусловлено образованием большего количества новых кристаллических зародышей на поверхности катода. Если же увеличивать время импульса, то это приводит к уменьшению твердости (рис. 3). Все эти факторы, в первую очередь, связаны с кинетикой катодного процесса электрокристаллизации и составом получаемого сплава.

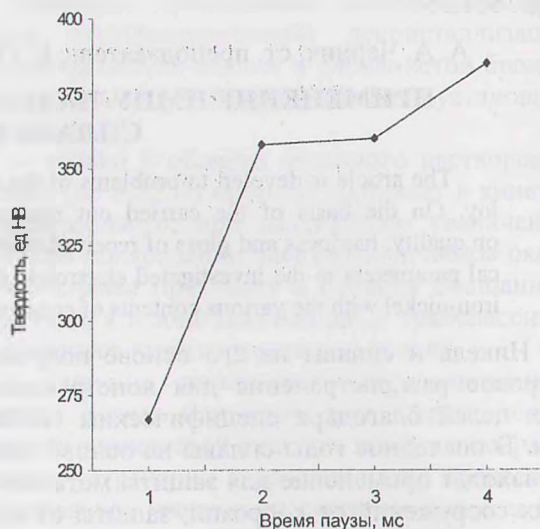


Рис. 2. Влияние времени паузы на твердость покрытия



Рис. 3. Влияние времени импульса на твердость покрытия

Зависимость выхода по току сплава от времени импульса представлена на рис. 4. Как следует из рис. 4, с ростом времени импульса наблюдается существенное увеличение выхода по току сплава с 20 до почти 90%. Это обусловлено высоким перенапряжением разряда ионов железа и никеля. Разряд этих ионов лимитируется электрохимической стадией. При увеличении длительности импульса прикатодное пространство обедняется ионами водорода, и, как следствие, выделение водорода будет лимитироваться скоростью диффузии. Соответственно это приведет к тому, что выход по току сплава будет возрастать.

В ходе работы для более тщательного исследования сплава никель-железо проводился анализ содержания никеля в сплаве. Содержание никеля в сплаве увеличивается при уменьшении времени импульса и увеличении времени паузы. Сопоставляя эти данные с данными по твердости покрытия, можно сделать вывод, что увеличение твердости покрытий также обусловлено ростом содержания никеля в сплаве.



Рис. 4. Влияние времени импульса на выход по току покрытия

Важным фактором осаждения качественных покрытий с определенным содержанием компонентов является поддержание постоянного состава электролита по ионам  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  и  $\text{Fe}^{3+}$ . Проведенные исследования показали, что содержание никеля в электролите остается постоянным на протяжении всего периода электролиза, а концентрация ионов железа незначительно растет. Содержание ионов  $\text{Fe}^{3+}$  увеличивается приблизительно на 0.1 г/л·ч. Такие изменения концентраций компонентов раствора на качество покрытий не влияют.

Таким образом, с увеличением плотности тока в импульсе, времени паузы и времени импульса наблюдается увеличение содержания железа в сплаве. Наиболее оптимальной плотностью тока следует считать 30–40 А/дм<sup>2</sup> при этом выход по току составляет 60–87%, изменение плотности тока как в большую, так и меньшую сторону приводит к снижению выхода по току.

Выход по току, также как и состав сплава, является функцией используемых технологических параметров. Установлено, что он увеличивается с ростом времени катодного импульса. Аналогично на выход по току влияет и увеличение времени паузы. При этом улучшается внешний вид покрытия.

Таким образом, анализ всех данных позволяет проследить динамику осаждения сплава железо-никель методом импульсного режима. С увеличением длительности катодного импульса увеличивается скорость образования кристаллических зародышей и скорость роста кристаллов. В зависимости от длительности паузы происходит полное или частичное вы-

равнивание концентрации катионов в катодите. Внешний вид полученных покрытий позволяет сделать вывод о том, что с увеличением катодного импульса наблюдается улучшение качества покрытия и увеличение его блеска.

Анализируя внешний вид полученных покрытий и условия их осаждения, можно сделать следующие выводы: с ростом катодного тока наблюдается ухудшение качества покрытия и уменьшение блеска. Аналогичные результаты наблюдаются с уменьшением времени паузы. Проведение электролиза при плотности тока 5 А/дм<sup>2</sup> и времени паузы 1 мс приводит к получению зеркально-блестящих осадков; изменяя время импульса, можно регулировать содержание никеля в сплаве в широком интервале.

### Литература

1. Черник А. А., Красовская О. А., Болвако А. К., Жарский И. М. Использование импульсного электролиза для получения блестящих покрытий на основе сплава Ni-Fe // Тезисы докладов Международной научно-практической конференции «Электрохимические и электролитно-плазменные методы модификации металлических поверхностей», Кострома, 8–11 сентября 2003.
2. Черник А. А., Красовская О. А., Болвако А. К., Жарский И. М. Новая технология получения никель-железных покрытий // Материалы Международной научно-технической конференции «Новейшие достижения в области импортозамещения в химической промышленности и производстве строительных материалов», Минск, 26–28 ноября 2003. С. 385–386.
3. Черник А. А., Рогозина С. Н., Болвако А. К., Жарский И. М. Интенсификация процесса нанесения КЭП Ni-алмаз на стоматологический инструмент // Материалы Международной научно-технической конференции «Новые технологии в химической промышленности», Минск, 20–22 ноября 2002. Ч. 2. С. 156–160.
4. Костин Н. А. Перспективы развития импульсного электролиза в гальванотехнике // Гальванотехника и обработка поверхности. 1992. Т. 1, № 1. С. 16–18.
5. Красовская О. А., Поповская Н. Ф. Определение железа в сплавах, полученных в импульсном режиме // Материалы 54-й студенческой научно-технической конференции, Минск, 19–24 мая 2003. Мн.: БГТУ, 2003. Ч. 2. С. 23–24.