

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ**

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
«ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ**

до лабораторної роботи за темою  
**«Електрохімічне полірування міді»**

для студентів спеціальності «Технічна електрохімія»  
денної та заочної форм навчання

Затверджено  
редакційно-видавничою  
радою університету,  
протокол № 1 від 04.06.2014 р.

Харків  
НТУ «ХП»  
2014

Методичні вказівки до лабораторної роботи «Електрохімічне полірування міді» для студентів спеціальності «Технічна електрохімія» денної та заочної форм навчання / уклад.: О.В. Сьомкіна, О.І. Пилипенко, А.І. Будьонний. – НТУ «ХП», 2014. – 16 с.

Укладачі: О.В. Сьомкіна,  
О.І. Пилипенко,  
А.І. Будьонний

*Рецензент:* Г.Г. Тульський

Кафедра технічної електрохімії

## **ВСТУП**

Метою лабораторної роботи є ознайомлення з особливостями процесу електрохімічного полірування, визначення режиму полірування міді у розчинах ортофосфатної кислоти та проведення полірування зразків з урахуванням обраного режиму.

## **1. ОСНОВНІ ТЕОРЕТИЧНІ ПОЛОЖЕННЯ**

### **1.1 Загальні відомості**

Сутність процесу електрохімічного полірування полягає у розчиненні поверхневого шару металу при анодній обробці в розчині електроліту. В результаті такої обробки з поверхні деталі видаляється зовнішній деформований шар та формується нова поверхня з вирівняним рельєфом, яка характеризується меншою величиною мікронерівностей, не має значних за товщиною оксидних або інших плівок, сторонніх включень, прихованих дефектів.

Деформований шар на поверхні металу утворюється при проведенні операцій механічної і термічної обробки, яким піддають металеву заготовку для отримання певного виробу або напівфабрикату. Внаслідок цього відбуваються значні зміни стану поверхні металу, що здебільшого концентруються в його приповерхневому шарі, який за своїми складом і структурою відрізняється від характеристик матеріалу в об'ємі зразка. В цьому шарі накопичуються чужорідні включення, внутрішні і зовнішні дефекти, концентратори механічної напруги, що негативно впливає на експлуатаційні характеристики деталі.

Виключити механічний і термічний вплив на поверхню металу при виготовленні з нього деталі неможливо, як неможливо видалити утворений дефектний шар будь-яким способом механічної обробки матеріалу; хімічне або електрохімічне травлення також не повністю розв'язує цю задачу.

Електрохімічне полірування (електрополірування) в даному випадку має ряд беззаперечних переваг оскільки дозволяє проводити контрольоване розчинення з заданою швидкістю і формувати поверхню, яка майже не містить дефектів, що виникають при механічній обробці металу.

Вироби з металу після проведення електрополірування стають блискучими і набувають більш високих механічних показників – підвищується межа витривалості, міцність, опір утомленості, пружність, корозійна стійкість, знижується коефіцієнт тертя та зношення деталей.

Методом електрохімічного полірування проводять обробку металевих деталей перед нанесенням покриттів, осаджених гальванічних покриттів, деталей з завищеними розмірами для їх зменшення, деталей з метою видалення з їх поверхні задирок і рисок, заточування робочих поверхонь інструменту.

Електрохімічне полірування також використовують в металографії, при виробництві медичного інструменту, у приладобудуванні та інших спеціальних сферах.

Слід відзначити, що для одержання полірованих деталей високої якості необхідна їх ретельна попередня обробка, оскільки полірування деталей з дефектами на поверхні (подряпинами, рисками, плямами) приводить до чіткого виявлення останніх.

## **1.2 Теоретичні основи процесу електрохімічного полірування**

Запропоновано декілька механізмів, які пояснюють виникнення блиску і вирівнювання поверхні металу при електрохімічному поліруванні; однак загальноприйнятого пояснення цього процесу на даний час не існує.

Незважаючи на це, у виробничій практиці розроблені і успішно використовуються електроліти високоякісного полірування практично всіх металів і сплавів.

З запропонованих теорій електрополірування слід відзначити плівкову теорію, теорію пасивації, дифузійну теорію, акцепторну теорію, електродекристалізаційну теорію.

Згідно *плівкової теорії* в процесі електрополірування поверхня електроду складається з активних і пасивних ділянок. Активними являються мікроскопічні виступи, пасивними – мікрозападини. Така ситуація виникає в результаті підвищення концентрації продуктів анодного розчинення біля

поверхні аноду, що призводить до утворення тонкого в'язкого шару зі значним електричним опором.

Оскільки величина опору цього шару значно вища, ніж опір основного об'єму електроліту, то, по мірі протікання процесу, густина струму на мікрорівнях, які вкриті шаром меншої товщини, буде підвищуватись і переважне розчинення буде спостерігатись на цих ділянках.

**Теорія пасивації** ґрунтується на основі аналізу поляризаційних залежностей, характер яких для електролітів полірування нагадує хід кривих анодної пасивації. Приймають, що западини мікрорельєфу поверхні в процесу полірування залишаються пасивними, в той час як виступи активно розчинюються.

Одночасна наявність активних і пасивних зон можлива, якщо розчин електроліту має незначну електропровідність, що майже завжди спостерігається поблизу аноду. Утворення пасивної плівки на поверхні аноду сприяє поліруванню, оскільки зазвичай плівка на мікрорівнях більш тонка і порувата.

З точки зору **дифузійної теорії** підвищення блиску поверхні металу і вирівнювання його поверхні відбувається внаслідок різних умов дифузії на окремих ділянках електрода.

Припускають, що продукти анодного процесу переносяться в об'єм електроліту виключно конвекцією і молекулярною дифузією, а міграційний перенос відсутній. Умови дифузії продуктів реакції від мікрорівнів більш сприятливі, ніж від мікрозападин, що повинне сприяти розчиненню перших і вирівнюванню поверхні металу.

Характерним фактором, який регулює розчинення металу згідно **акцепторної теорії** електрохімічного полірування, являється не дифузія продуктів розчинення, а розподіл аніонів (акцепторів) на виступах і западинах аноду під дією електричного поля і в'язкості електроліту.

Обмеження розчинення окремих ділянок поверхні електроду при електрополіруванні є наслідком обмеження швидкості доставки до поверхні аноду акцепторів (наприклад, іонів  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$  або молекул води).

Основним положенням **електродекристалізаційної теорії** електрохімічного полірування є те, що вирівнювання завжди починається з утворення незначних фігур розчинення, розташованих на поверхні у відповід-

ності до розташування ділянок з найбільшою електрохімічною неоднорідністю. Поглиблення фігур травлення відбувається до тих пір, поки доставка акцептору до місця розчинення не стає обмежуючим фактором. Після цього розвиток фігур травлення в глибину електроду припиняється і починається їх розширення на сусідні ділянки.

### 1.3 Практика електрохімічного полірування міді

В промисловості електрохімічне полірування міді проводять виключно з використанням електролітів на основі ортофосфатної кислоти ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ).

Для покращення якості полірування в електроліти вводять добавку хромового ангідриду ( $\text{CrO}_3$ ) або органічні речовини – спирти, аміни, карбонові кислоти.

Типова анодна поляризаційна залежність мідного електроду у розчині  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (рис. 1.1) складається з трьох частин, причому процес полірування відповідає визначеній ділянці такої залежності.

Ділянка *AB* поляризаційної залежності характеризує область активного розчинення металу. Поверхня аноду в процесі анодного розчинення в цій області стає шорсткою. Це обумовлюється її структурною і енергетичною неоднорідністю, що викликає підвищену швидкість розчинення окремих граней полікристалічного зразку.

Після незначного зниження струму (ділянка *BB*) спостерігається незалежність анодного струму від потенціалу у деякому інтервалі його значень (горизонтальне плато, яке відповідає ділянці *BГ*). Розчинення металу в області плато відбувається у дифузійному режимі, підтвердженням чого являється залежність густини струму розчинення від швидкості перемішування розчину. При цьому метал в області потенціалів ділянки *BГ* вкривається оксидно-сольовою плівкою, товщина якої зростає при збільшенні величини потенціалу аноду. Над оксидно-сольовою плівкою знаходиться шар електроліту з високою концентрацією продуктів реакції, так званий в'язкий шар.

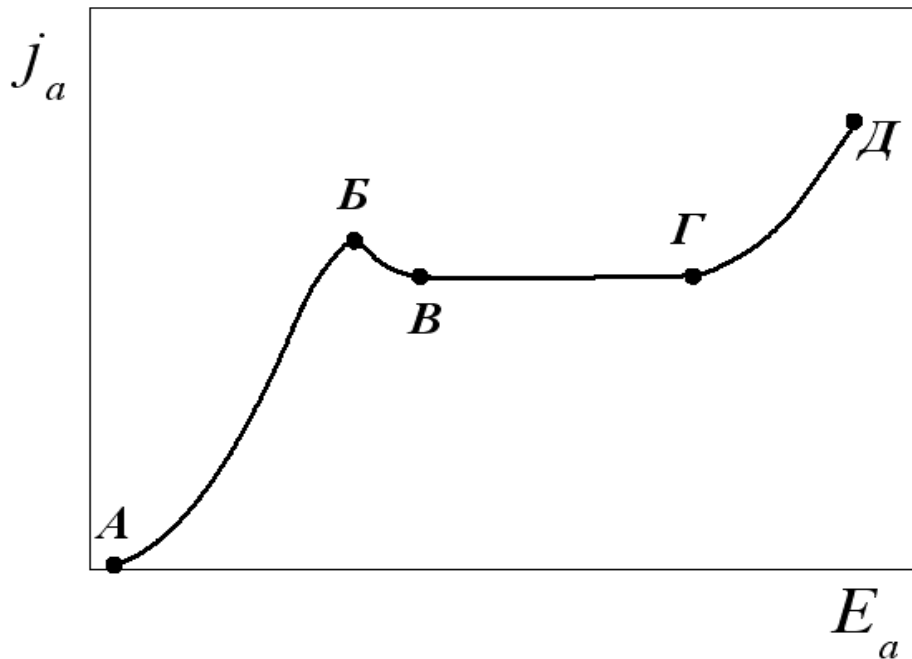


Рисунок 1.1. – Типова анодна поляризаційна залежність мідного електроду в розчині електрохімічного полірування на основі ортофосфатної кислоти

Дифузійний контроль процесу приводить до переважного розчинення мікрорівнів і згладжування поверхні. Водночас наявність анодної плівки нівелює структурну неоднорідність поверхні металу і різницю в швидкості розчинення її окремих зон, що, поруч з першим фактором, являється причиною виникнення ефекту полірування.

В області  $ГД$  поляризаційної залежності також відбувається полірування металу, однак внаслідок виділення газоподібного кисню на поліруваній поверхні можуть з'явитись дефекти у вигляді точкового розтравлення металу. Саме тому полірування міді намагаються проводити в інтервалі потенціалів, яка відповідає ділянці  $ВГ$  поляризаційної кривої.

Струм в області плато залежить від концентрації електроліту, його температури і швидкості перемішування. При підвищенні концентрації, починаючи з деякого її мінімального значення, зниженні температури і інтенсивності перемішування густина струму плато зменшується. Також існує оптимальна область концентрації кислоти, найбільш сприятлива для проведення полірування. Тому процес електрополірування можна контролювати шляхом зміни вказаних параметрів.

## 2. ПРАКТИЧНА ЧАСТИНА

### 2.1 Завдання для практичної роботи

*Завдання 1. Визначення режиму електрохімічного полірування міді методом реєстрації вольтамперних (поляризаційних) залежностей.*

Визначення режиму електрополірування проводять з використанням трьохелектродної схеми вимірювань, яка включає робочий і допоміжний електроди, а також електрод порівняння.

Для виконання завдання збирають електричний ланцюг, принципова схема якого наведена на рис. 2.1. В якості електролізеру використовують скляний стакан об'ємом 250 см<sup>3</sup>, в який завішують попередньо підготовані робочий і допоміжний електроди, причому перший електрод підключають до позитивної клеми джерела живлення, а другий – до негативної. Як електрод порівняння використовують хлоридсрібний електрод.

Попередня підготовка робочого електроду складається з операцій механічного шліфування зразків наждачним папером різного класу зерніння та знежирення у розчині наступного складу, г/дм<sup>3</sup>: Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> – 15 – 35, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> – 15 – 35, синтанол ДС-10 – 3 – 5. Температура розчину – 60 – 80 °С, тривалість обробки – 5 – 20 хв.

Початкове шліфування зразків виконують грубим папером, кінцеве – папером з найменшим зерном. Між операціями шліфування і знежирення зразки промивають дистильованою водою і просушують фільтрувальним папером.

Вимірювання проводять в потенціостатичному режимі, поступово збільшуючи величину напруги, яку подають на комірку (її значення фіксують вольтметром  $V1$ ), та фіксуючи відповідну величину струму амперметром  $A$ ; паралельно фіксують потенціал робочого електроду (вольтметром  $V2$ ).

Між двома послідовними вимірюваннями робочий електрод на протязі 20 – 30 с витримують при кожному заданому значенні потенціалу аноду. Електроліз проводять за температури електроліту 18 – 25 °С.

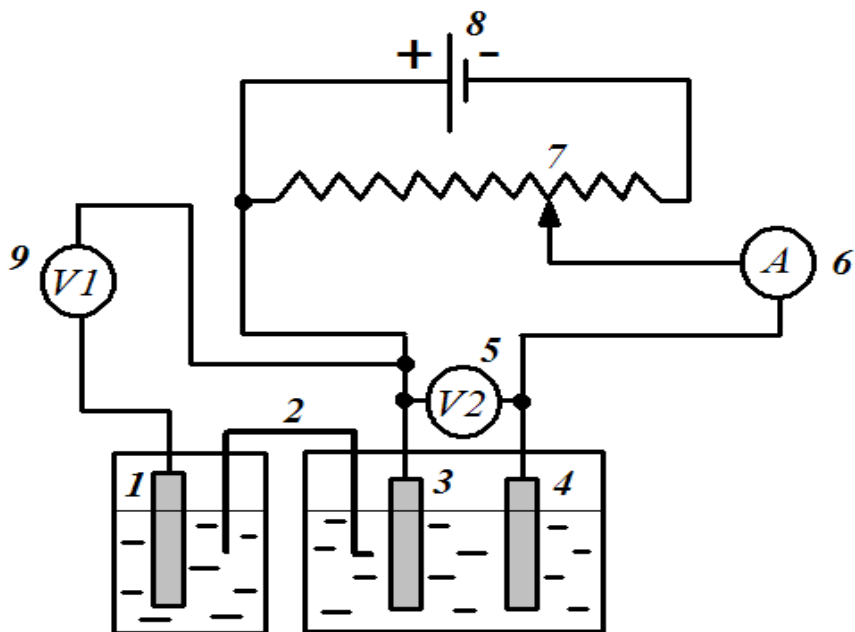


Рисунок 2.1. – Принципова електрична схема для визначення режиму електрохімічного полірування: 1 – електрод порівняння, 2 – електролітичний ключ, 3 – робочий електрод, 4 – допоміжний електрод, 5 – вольтметр для вимірювання напруги на комірці, 6 – амперметр, 7 – реостат, 8 – джерело живлення, 9 – вольтметр для вимірювання потенціалу робочого електроду

Потенціометричні вимірювання проводять для декількох електролітів, склад яких наведений в табл. 2.1.

Таблиця 2.1 – Склад електролітів для полірування міді

Компонент	Концентрація компоненту, г/дм <sup>3</sup>			
	Електроліт			
	1	2	3	4
Ортофосфатна кислота, H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	850	420	210	640
Бутиловий спирт, C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> OH	–	–	–	200

Значення стаціонарного потенціалу електроду (який вимірюють в умовах розімкнутого електричного ланцюга), напруги на комірці, потенціалів робочого електроду під струмом і відповідних значень струму заносять в табл. 2.2.

За даними вимірювань одержують вольтамперну або, з урахуванням площі поверхні робочого електроду, поляризаційну залежність за якою визначають густину струму і діапазон напруги (потенціалів) при яких необхідно проводити електрополірування.

Таблиця 2.2 – Дані для визначення режиму полірування

$E_{ст.}, В$	$U, В$	$E_j, В$	$I, мА$	$S_{p.e.}, дм^2$	$j_a, А/дм^2$
--------------	--------	----------	---------	------------------	---------------

**Завдання 2.** Електрохімічне полірування міді в гальваностатичному режимі.

Полірування зразків мідних електродів проводять в гальваностатичному режимі в одному з електролітів, наведених в табл. 2.1.

Схема для проведення полірування наведена на рис. 2.2.

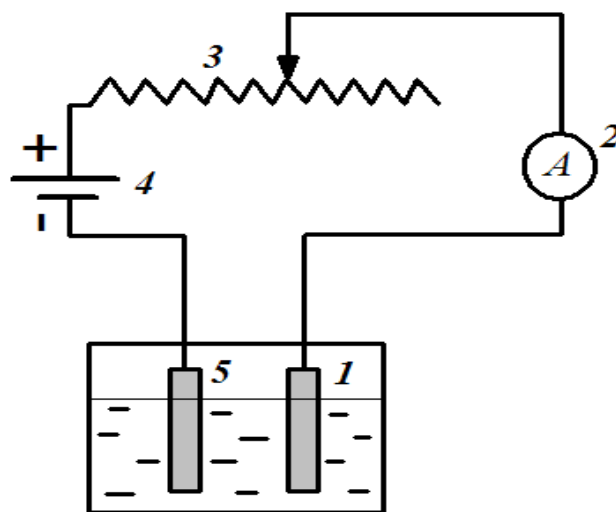


Рисунок 2.2. – Принципова схема електрохімічного полірування у гальваностатичному режимі: 1 – робочий електрод, 2 – амперметр, 3 – реостат, 4 – джерело живлення, 5 – допоміжний електрод

Перед завішуванням в електролізер зразки піддають обробці, аналогічній наведеній в завд. 1. Знежирені і просушені зразки зважують на аналітичних вагах. При закріпленні електродів в електролізері необхідно забезпечи-

ти надійний електричний контакт.

Після електролізу тривалістю 10 хв. електроди виймають з електролізеру і швидко промивають водопровідною, а потім дистильованою водою. Зразки сушать, зважують на вагах та проводять візуальну оцінку якості полірованої поверхні.

Дослідні дані заносять до табл. 2.3 і, користуючись ними, розраховують вихід за струмом процесу.

Таблиця 2.3 – Показники процесу електрохімічного полірування міді

$\tau$ , хв	$I$ , мА	$S_{p.e.}$ , дм <sup>2</sup>	$j_a$ , А/дм <sup>2</sup>	$m_n$ , Г	$m_k$ , Г	$\Delta m$ , Г	$BC$ , %	Зовнішній вигляд електроду
-------------	----------	---------------------------------	------------------------------	-----------	-----------	----------------	----------	----------------------------------

## 2.2 Порядок оформлення звіту до лабораторної роботи

Звіт до лабораторної роботи повинен містити:

- 1) Назву роботи;
- 2) Мету роботи;
- 3) Основні теоретичні положення;
- 4) Коротке викладення суті завдання з описом методики його виконання, яка повинна включати експериментальну електричну схему;
- 5) Викладення результатів досліду та основних спостережень, отриманих при його проведенні;
- 6) Висновок.

Звіт повинен бути оформлений у відповідності до СТВУЗ-ХПІ-3.01-2010 «Текстовые документы в сфере учебного процесса. Общие требования к выполнению».

Звіт виконувати на аркушах паперу формату А4 або зошитових аркушах в клітинку.

### 3. ПИТАННЯ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЮ

1. В чому полягає сутність процесу електрохімічного полірування?
2. Наведіть області застосування електрохімічного полірування.
3. Перелічіть основні теорії електрополірування. Дайте коротку характеристику кожній теорії.
4. Чому в плівковій теорії електрополірування визначальна роль у вирівнюванні поверхні металу відводиться в'язкому шару продуктів реакції на поверхні аноду? Відповідь надайте, користуючись знанням окремих складових балансу напруги електролізера.
5. Завдяки чому відбувається згладжування поверхні металу згідно електродекристалізаційної теорії полірування? Чому в реальних умовах швидкість розчинення окремих ділянок аноду може істотно відрізнятись?
6. Згідно пасиваційної теорії електрополірування причиною ефекту вирівнювання поверхні електроду є утворення на ній плівки зі значним електричним опором. Чому наявність цієї плівки обумовлює переважне розчинення мікровиступів на поверхні металу?
7. Що являється рушійною силою полірування згідно дифузійної теорії? Як Ви вважаєте, в якому напрямку буде направлений потік електроліту, збагаченого продуктами розчинення – в напрямку ватерлінії аноду чи дна електролізера? В якому напрямку буде направлений потік електроліту поблизу катоду?
8. Згідно акцепторної теорії розчинення виступів на поверхні електроду відбувається завдяки полегшеному доступу до цих ділянок іонів або молекул-акцепторів. Яка їх роль в процесі розчинення металу?
9. Дайте пояснення окремим ділянкам анодної поляризаційної залежності, отриманої в електроліті полірування.
10. Яка суміщена реакція буде проходити паралельно з розчиненням металу при досягненні області граничного струму на аноді? Які реакції будуть проходити на катоді?
11. Які залежності використовують для вибору режиму полірування? В якому режимі (гальваностатичному чи потенціостатичному) одержують вольтамперні і поляризаційні залежності в роботі? Поясніть принцип роботи електричного ланцюга в потенціостатичному режимі.

12. В якому режимі проводилось полірування мідних зразків при виконанні завд. 2? Поясніть принцип роботи електричного ланцюга в гальваностатичному режимі.

13. Чому після проведення електролізу поліровані зразки необхідно швидко промивати водою? Чи потрібна попередня підготовка поверхні зразків – шліфування, знежирення? Навіщо необхідно забезпечувати надійний електричний контакт при завішуванні електроду в комірці?

#### **4. НЕОБХІДНІ ПРИЛАДИ ТА РЕАКТИВИ**

4.1 Електролізер з термостійкого скла місткістю 0,25 – 0,5 дм<sup>3</sup>.

4.2 Блок живлення.

4.3 Вольтметр.

4.4 Амперметр.

4.5 Реостат.

4.6 Електроплитка.

4.7 Термометр з діапазоном вимірювань 0 – 100 °С.

4.8 Ваги аналітичні.

4.9 Мідний (свинцевий) допоміжний електрод.

4.10 Хлоридсрібний електрод порівняння.

4.11 Шліфувальний папір різного класу зерніння.

4.12 Дистильована вода.

4.13 Розчин для знежирення.

4.14 Робочий електроліт.

4.15 Фільтрувальний папір.

## СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Антропов Л.І. Теоретична електрохімія / Л.І. Антропов. – К. : Либідь, 1993. – 544 с.
2. Ажогин Ф.Ф. Гальванотехника. Справочник / Ф.Ф. Ажогин, М.А. Беленький, И.Е. Галль и др. ; под ред. А.М. Гинберга, А.Ф. Иванова, Л.Л. Кравченко. – М. : Metallurgiya, 1987. – 736 с.
3. Бахчисарайцьян Н.Г. Практикум по прикладной электрохимии: учеб. пособ. для вузов / Н.Г. Бахчисарайцьян, Ю.В. Борисоглебский, Г.К. Буркат и др. ; под ред. В.Н. Кудрявцева, В.Н. Варыпаева. – Л. : Химия, 1990. – 304 с.
4. Грилихес С.Я. Электрохимическое полирование: теория и практика. Влияние на свойства металлов / С.Я. Грилихес. – Л. : Машиностроение, Ленингр. отд-ние, 1987. – 232 с.

## ЗМІСТ

Вступ .....	3
1. Основні теоретичні положення .....	3
1.1. Загальні відомості .....	3
1.2. Теоретичні основи процесу електрохімічного полірування.....	4
1.3. Практика електрохімічного полірування міді.....	6
2. Практична частина .....	8
2.1. Завдання для практичної роботи .....	8
2.2. Порядок оформлення звіту до лабораторної роботи.....	11
3. Питання для самоконтролю .....	12
4. Необхідні прилади та реактиви.....	13
Список літератури .....	14

Навчальне видання

**Методичні вказівки**  
**до лабораторної роботи за темою**  
**«Електрохімічне полірування міді»**  
для студентів спеціальності «Технічна електрохімія»  
денної та заочної форм навчання

Укладачі:

СЬОМКІНА Олена Володимирівна  
ПИЛИПЕНКО Олексій Іванович  
БУДЬОННИЙ Анатолій Іванович

Відповідальний за випуск

*Б.І. Байрачний*

Роботу до видання рекомендував

*Я.М. Пітак*

Редактор

*О.В. Козюк*

План 2014 р., поз. 160

Підп. до друку 09.07.2014. Формат 60×84 <sup>1</sup>/<sub>16</sub>. Папір офсетний. Riso-друк.  
Гарнітура Таймс. Ум. друк. арк. 0,5. Наклад 50 прим. Зам. № 5.  
Ціна договірна.

---

Надруковано у копії-центрі "МОДЕЛІСТ"  
(ФО-П Миронов М.В., Свідоцтво ВО4 № 022953)  
М. Харків, вул. Червонопрапорна, 3, літер Б-1  
Тел. 7-170-354  
**www.modelist.in.ua**

---