

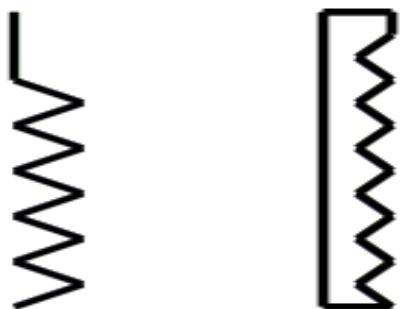
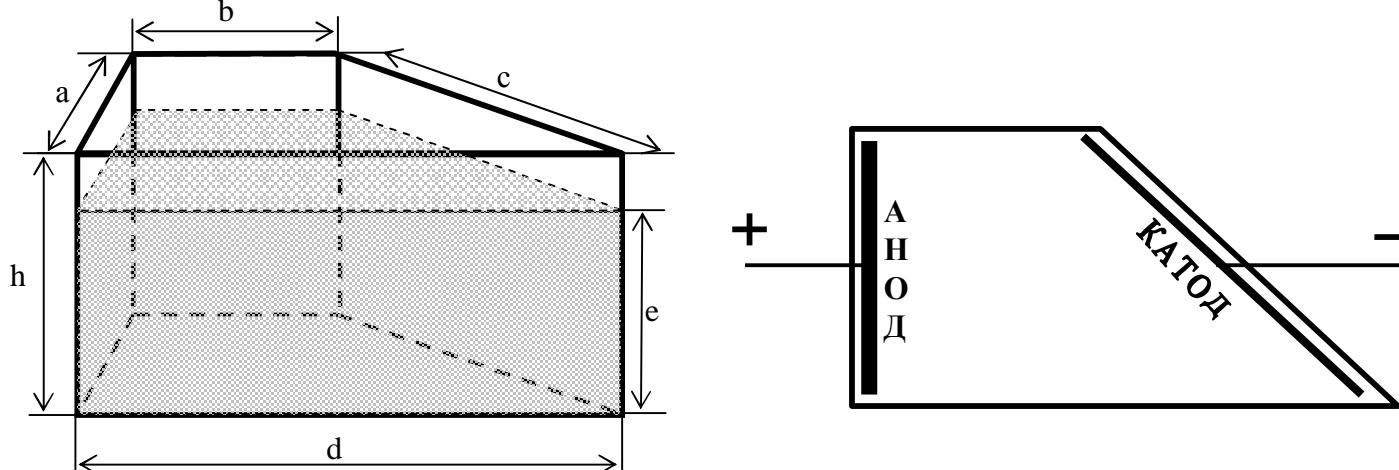
Применение ячейки Хулла для контроля гальванических процессов

Смирнов К.Н.

РХТУ им.Д.И.Менделеева

ЯЧЕЙКА ХУЛЛА

- Общий вид и форма профиля анодной пластины



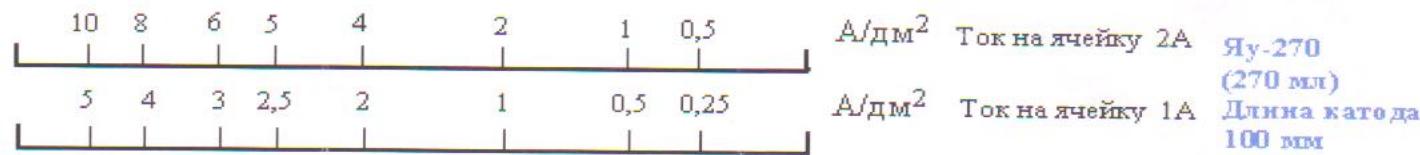
ОСНОВНЫЕ ФУНКЦИИ ЯЧЕЙКИ ХУЛЛА

- 1. БЫСТРОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОЗМОЖНЫХ ПРИЧИН НЕПОЛАДОК РАБОТЫ ЭЛЕКТРОЛИТОВ**
- 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА БЛЕСКООБРАЗОВАТЕЛЯ, НЕОБХОДИМОГО ДЛЯ КОРРЕКТИРОВАНИЯ ЭЛЕКТРОЛИТА**
- 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО РАСХОДА БЛЕСКООБРАЗУЮЩИХ ДОБАВОК И ИХ СООТВЕТСТВИЯ ТЕХНИЧЕСКИМ УСЛОВИЯМ ПРОИЗВОДИТЕЛЯ**
- 4. СРАВНИТЕЛЬНАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАЗЛИЧНЫХ БЛЕСКООБРАЗУЮЩИХ ДОБАВОК**

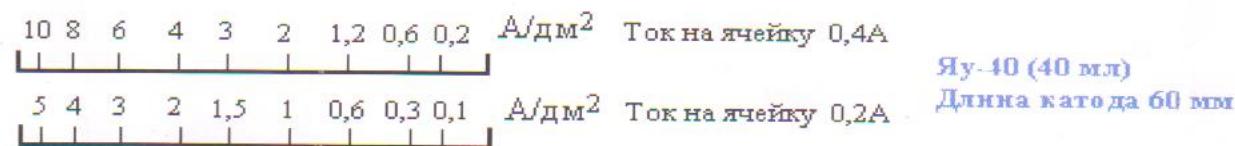
ЯЧЕЙКА ХУЛЛА

- Для осуществления быстрого тестирования работоспособности различных электролитов, применяемых в гальваностегии, на зарубежных предприятиях широко используется электрохимическая ячейка с угловым катодом. Стандартная ячейка емкостью 267 мл и углом катода по отношению к аноду 510 называется ячейкой Хулла (ее схема представлена на рис.1). При электроосаждении в такой ячейке при средней плотности тока 2 А/дм² (сила тока составляет 1 А) на катодной пластине реализуются плотности тока от 0,1 А/дм² (далний от анода участок) до 8 - 9 А/дм² (ближний к аноду участок). Характер распределения плотностей тока по длине катода показан на рисунке 2. На рисунке 3 изображена электрическая схема подключения ячейки к источнику постоянного тока.
- Зарубежные фирмы производят различные ячейки Хулла - от простых до усовершенствованных - с рубашкой для водяного обогрева, воздушным перемешиванием вдоль катода и т. п. В России, к сожалению, предприятий, изготавливающих в числе прочего и ячейки Хулла, практически нет, что в определенной степени тормозит оснащение ими гальванических производств. Однако данная проблема решается весьма просто: по приведенному выше эскизу ячейку можно изготовить не только на любом предприятии, но даже в домашних условиях. Материалами могут служить оргстекло, винипласт, полипропилен толщиной 2 - 5 мм. Оргстекло клеится дихлорэтаном, хлороформом или ацетоном, винипласт и полипропилен свариваются прутком из соответствующего материала при помощи горячего воздуха.

ЯЧЕЙКА ХУЛЛА



Шкалы плотностей тока в ячейках Хулла



ЯЧЕЙКА ХУЛЛА

- При сравнении свойств этих трех материалов можно отметить следующее. Оргстекло дешево и недефицитно, легко режется и пилится, оно прозрачно, что удобно для непосредственного наблюдения за процессом электроосаждения, но имеет наименьшую химическую стойкость. Его применение нежелательно для электролитов хромирования, сернокислых электролитов лужения и других сильнокислых растворов. Максимально допустимая температура 50 - 550С. Оргстекло нестойко к большинству органических растворителей.
- Винипласт достаточно стоек к агрессивным средам и органическим растворителям. Стареет при воздействии концентрированных серной и азотной кислот. Выдерживает температуру 60 – 650С.
- Полипропилен весьма химически стоек, не подвержен воздействию концентрированных кислот и практически любых растворителей, температурный предел около 800С.
- В лаборатории при гальваническом производстве желательно иметь две или несколько ячеек Хулла, поскольку для электролитов никелирования и хромирования лучше использовать индивидуальные ячейки (электролит никелирования чрезвычайно чувствителен к посторонним загрязнениям, а хромовый ангидрид плохо вымывается, особенно из щелей и микротрещин).
- В качестве источника постоянного тока можно использовать любой лабораторный выпрямитель, обеспечивающий регулируемое напряжение 0-10 В и силу тока на выходе до 2 - 3 А (источники тока Б5-43, 45, 46, ВС-24М, ВСА-30 и др.). В крайнем случае ячейка подключается через диодный мост к ЛАТРу с последовательным включением в цепь амперметра для контроля силы тока.

ЯЧЕЙКА ХУЛЛА

- В качестве анода используется пластина размером 60 на 70 мм толщиной 1 - 8 мм из соответствующего процессу анодного материала. Для увеличения поверхности анода тонкую пластину можно гофрировать, а толстой пластине придать пилообразный профиль при помощи фрезы.
- Катодами могут служить плоские пластины размером 100 на 70 мм толщиной 0,5 - 2 мм из меди, латуни или простой стали, полированные с рабочей стороны. Подготовка поверхности катодов перед электроосаждением стандартная - обезжиривание, активация в 5-10 %-ном растворе серной кислоты, промывка.
- При тестировании электролита в ячейке Хулла с целью определения возможных причин дефектов покрытия, он должен быть откорректирован по содержанию основных компонентов (на основании данных химического анализа) и pH (при необходимости). Электроосаждение проводится в течение 5 - 10 минут на подготовленную пластину. Сила тока составляет - 1 А. Как исключение можно привести электролиты хромирования, в которых рабочие плотности тока очень высоки (токовая нагрузка подбирается так, чтобы покрытие осаждалось не менее, чем на 30% длины пластины) и электролиты серебрения, где допустимые плотности тока не превышают 2 А/дм² (для них токовая нагрузка составляет 0,5 А).
- После осаждения покрытия пластина тщательно промывается проточной водой, высушивается и подвергается визуальному осмотру.
- Во многих случаях по характеру и расположению дефектов можно судить о причинах неполадок работы электролитов. В качестве примера можно рассмотреть несколько случаев.

ЯЧЕЙКА ХУЛЛА

- 1. **Питтинг.** Этот дефект может быть вызван следующими причинами: недостаток смачивателя, органические загрязнения (в частности, избыток блескообразователя), загрязнение железом. Во всех этих случаях характер питтинга различен. При недостатке смачивателя язвы достаточно крупные, редкие, равномерно расположены по длине пластины. При избытке органики язвы весьма крупные и глубокие, часто вокруг них наблюдается матовый ореол, сосредоточены они обычно в области высоких плотностей тока (т. е. в месте наибольшей толщины покрытия). При загрязнении железом язвы мелкие и частые, расположены в основном в области средних и высоких плотностей тока, покрытие шершавое на ощупь (наиболее характерно для электролитов никелирования). Для электролитов блестящего никелирования питтинг может быть связан также с недостатком блескообразователя.
- 2. **Растрескивание покрытия.** Наблюдается, как правило, в области высоких плотностей тока. Причиной может быть загрязнение органикой и избыток добавок, загрязнение посторонними ионами. Трещины в сочетании с темными полосами, пятнами или точками могут свидетельствовать о загрязнении ионами цинка, кадмия, хрома (для электролитов никелирования), железа, кадмия (для слабокислых электролитов цинкования). При избытке органики растрескивание покрытия может сочетаться с чередующимися матовыми и блестящими полосами, язвами (см. п.1).
- 3. **Потемнение покрытия.** Потемнение покрытия в области низких и средних плотностей тока возникает при наличии примесей электроположительных металлов, таких как медь, свинец. В случае электролита цинкования этот дефект может проявиться только после пассивирования цинкового покрытия (особенно при бесцветном хроматировании).

ЯЧЕЙКА ХУЛЛА

-
- **4. Подгар.** Выражается в матовости, потемнении или даже почернении покрытия в области высоких плотностей тока. Дефект может возникать как при недостатке блескообразователя, так и при избытке органики. В случае избытка органики или посторонних органических примесей подгар обычно сочетается с растрескиванием или чередующимися матовыми и блестящими полосами (см. п. 2).
- **5. Шероховатость покрытия** (набросы). Чаще всего дефект наблюдается в области высоких и средних плотностей тока, где толщина покрытия достаточно большая. Дефект может быть незаметен визуально, но ощущается при проведении по покрытию куском ткани или тыльной стороной ладони. Наиболее вероятная причина - механические частицы (пыль, анодный шлам), а для электролитов никелирования еще и загрязнение железом.
- **6. Плохая кроющая способность.** Выражается в отсутствии покрытия в области низких плотностей тока. Кроющая способность может существенно снижаться при любых посторонних загрязнениях, а также при избытке блескообразующих добавок.
- **7. Слабый блеск покрытия.** Рассматривается как дефект в случае осаждения блестящих покрытий. Если пониженный блеск наблюдается равномерно по всей длине катодной пластины, то наиболее вероятной причиной является недостаток блескообразователя. Если же покрытие неравномерное по внешнему виду и имеет другие дефекты, то причиной может являться наличие посторонних загрязнений (см. пп. 1 - 6).

ЯЧЕЙКА ХУЛЛА

- Кроме определения возможных причин брака, ячейка Хулла может использоваться для определения количества блескообразующих добавок, необходимого для корректировки электролита. При этом количество добавки пересчитывается с объема, введенного в ячейку, на объем процессной ванны.
- Еще одной важной функцией ячейки Хулла может быть входной контроль качества добавок, поступающих на производство, а также сравнительная характеристика различных добавок, в изобилии предлагаемых производителями в современных условиях рынка. В этом случае, используя свежеприготовленные электролиты для осаждения соответствующих металлов, можно оценить (или сравнить) качество покрытия, получаемого при применении данной добавки, определить ее примерный расход, стабильность процесса и, таким образом, установить соответствие добавки техническим условиям, сравнить экономические показатели (качество-расход-цена) различных добавок.

ЯЧЕЙКА ХУЛЛА

- Внешний вид катодной пластины при наличии в электролите электропложительных и электроотрицательных примесей

