

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ
Витебский государственный технологический университет

УДК 62-9:669.243.826 + 669.243.826:62-9

№ Госрегистрации 19961283

Инв. №



УТВЕРЖДАЮ

Проректор по научной работе

К.т.н. С.М. Литовский

199__ г.

О Т Ч Е Т

о научно-исследовательской работе

**“Изучение основных физико-химических закономерностей и разработка
новой ресурсо- и энергосберегающей технологии получения никелевых
и никелево-железных электролитических осадков с нулевыми внутрен-
ними напряжениями ” ГБ № 212**

(заключительный)

Начальник научно-
исследовательского сектора

С.А. Беликов

Руководитель темы,
зав. кафедрой “Охрана труда
и промэкология”, д.т.н., проф.

С.Г. Ковчур

Витебск
1996 г.

Библиотека ВГТУ



СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель работы,
главный научный сотрудник,
д.т.н., профессор

С.Г. КОВЧУР
(реферат, введение, заключение,
разделы 2-5)

Ответственный исполнитель,
научный сотрудник

И.Д. ВАСИЛЬЕВ
(разделы 6-8)

Исполнители:

Научный сотрудник

В.Н. ПОТОЦКИЙ
(разделы 3-5)

Младший научный сотрудник, к.т.н.

А.С. КОВЧУР
(разделы 5-6)

Инженер 1-ой категории

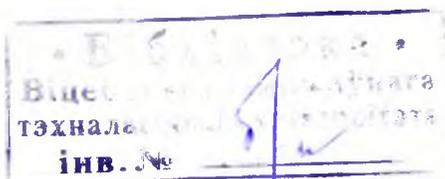
А.А. ТРУТНЁВ
(экспериментальная
часть, оформление доку-
ментации)

Инженер 1-ой категории

В.В. УШАКОВ
(экспериментальная
часть)

Лаборант без категории

А.А. ВАСИЛЬЕВ
(оформление документа-
ции)



РЕФЕРАТ

Отчет 83 стр., 35 рис., 25 таблиц, 33 источника.

Целью работы является разработка новых ресурсосберегающих технологий получения ненапряженных толстых никелевых и никелево-железных осадков.

Работа проводилась в полном соответствии с календарным планом и техническим заданием.

Проведен анализ литературных данных по вопросам получения никелевых и никелево-железных гальванических осадков, а также влияния различных факторов на физико-химические свойства осадков.

Проведены лабораторные исследования влияния концентраций сульфаминовокислого никеля и различных добавок на величину внутренних напряжений в никелевых осадках.

Изучены зависимости величины внутренних напряжений от параметров режимов осаждения никелевых и никелево-железных осадков, а также корреляция этой величины с другими свойствами - микротвердостью, пористостью, содержанием серы.

Проведено электронно-микроскопическое исследование образцов, полученных никелевых и никелево-железных осадков и изучена их структура.

Разработаны составы электролитов и режимы осаждения, позволяющие получать никелевые и никелево-железные осадки с нулевыми внутренними напряжениями.

	4
1. Введение.	5
2. МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ НИКЕЛЕВЫХ И НИКЕЛЕВО-ЖЕЛЕЗНЫХ ОСАДКОВ.	6
2.1 ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ПОЛУЧЕНИЯ ГАЛЬВАНИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ Ni и Ni-Fe.	6
2.1.1 Методы подготовки подложки.	6
2.1.2 Электролиты, применяемые для осаждения Ni и сплава Ni-Fe. Режимы осаждения. Добавки.	8
2.2 МЕХАНИЗМ ЭЛЕКТРООСАЖДЕНИЯ МЕТАЛЛОВ ГРУППЫ ЖЕЛЕЗА.	15
2.2.1 Катодный процесс.	15
2.2.2 Анодный процесс.	17
3. ВЛИЯНИЕ РАЗЛИЧНЫХ ФАКТОРОВ НА СВОЙСТВА НИКЕЛЕВЫХ И НИКЕЛЕВО-ЖЕЛЕЗНЫХ ОСАДКОВ.	22
3.1 ВЛИЯНИЕ РАЗЛИЧНЫХ ФАКТОРОВ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА Ni, ПОЛУЧЕННОГО ИЗ СУЛЬФАМИНОВОКИСЛЫХ ЭЛЕКТРОЛИТОВ.	22
3.1.1 Влияние концентрации сульфаминовокислого никеля на свойства осадка.	22
3.1.2 Влияние концентрации ионов Cl^- , Br^- , I^- и F^-	24
3.1.3 Влияние pH электролита.	25
3.1.4 Влияние температуры электролита на свойства осадка.	26
3.1.5 Влияние плотности тока на свойства осадка.	27
3.1.6 Влияние концентрации серы и объема водорода, включенных в покрытия.	28
3.1.7 Влияние органических добавок.	29
4. ВЛИЯНИЕ РАЗЛИЧНЫХ ФАКТОРОВ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА Ni-Fe.	32
4.1.1 Влияние концентрации солей железа.	32
4.1.2 Влияние плотности тока, водородного показателя и температуры электролита на свойства осадков.	33
4.1.3 Влияние органических добавок.	35
5. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА.	35
5.1 ПОЛУЧЕНИЕ ОСАДКОВ НИКЕЛЯ И СПЛАВА НИКЕЛЬ-ЖЕЛЕЗО.	37
5.1.1 Приготовление электролита.	37
5.1.2 Химическая и электрохимическая очистка электролита.	38
5.1.3 Контроль работы электролита.	38
6. ЗАВИСИМОСТЬ СВОЙСТВ НИКЕЛЕВЫХ ОСАДКОВ ОТ РАЗЛИЧНЫХ ФАКТОРОВ.	39
6.1 ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ СУЛЬФАМИНОВОКИСЛОГО НИКЕЛЯ НА СВОЙСТВА ОСАДКОВ.	39
6.2 ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ САХАРИНА НА ВЕЛИЧИНУ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ.	41
6.3 ВЛИЯНИЕ pH НА СВОЙСТВА ОСАДКОВ НИКЕЛЯ.	43
6.4 ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ЭЛЕКТРОЛИТА НА СВОЙСТВА НИКЕЛЕВЫХ ОСАДКОВ.	45
6.5 ВЛИЯНИЕ ПЛОТНОСТИ ТОКА, В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ ЭЛЕКТРОЛИТА НА ВЕЛИЧИНУ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ.	47
6.6 ВЛИЯНИЕ КАТОДНОЙ ПЛОТНОСТИ ТОКА НА СВОЙСТВА ОСАДКОВ НИКЕЛЯ.	49
7. ЗАВИСИМОСТЬ СВОЙСТВ ОСАДКОВ СПЛАВОВ Ni-Fe ОТ РАЗЛИЧНЫХ ФАКТОРОВ.	53
7.1 ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ИОНОВ ЖЕЛЕЗА (II) В ЭЛЕКТРОЛИТЕ НА СОСТАВ ОСАДКОВ.	53
7.2 ВЛИЯНИЕ КАТОДНОЙ ПЛОТНОСТИ ТОКА НА СВОЙСТВА ОСАДКОВ.	58
7.3 ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК НА ВЕЛИЧИНУ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ В ОСАДКАХ СПЛАВА.	62
8. ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ.	66
8.1 ЗАВИСИМОСТЬ СТРУКТУРЫ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОГО НИКЕЛЯ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ ЭЛЕКТРОЛИТА.	67
8.2 ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК ПАВ "ПРОГРЕСС" И САХАРИНА НА СТРУКТУРУ ЭЛЕКТРООСАЖДЕННОГО НИКЕЛЯ.	73
8.3 ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ ЭЛЕКТРООСАЖДЕННОГО СПЛАВА Ni-Fe.	75
9. ЗАКЛЮЧЕНИЕ.	80
10. СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	81

1. Введение.

Получение гальванических покрытий и осадков никеля и его сплавов с кобальтом и железом нашло широкое применение в гальваностегии и гальванопластике для получения тонких защитно-декоративных и функциональных покрытий, а также изделий сложной формы, которые либо невозможно изготовить традиционными методами, либо на это затрачивается много непроизводительного труда.

Использование именно этих металлов, объясняется тем, что по своим электрохимическим свойствам они относятся к третьей группе, т.е. отличаются малыми токами обмена, примерно 10^{-8} - 10^{-9} А/см² [1], и большим перенапряжением, что способствует получению мелкокристаллических, плотных и непористых гальванических покрытий и осадков с высокой коррозионной устойчивостью.

Конечная цель данной работы - разработка процесса получения никелевых и никелево-железных осадков, обладающих следующими свойствами:

1. Низкие (близкие к 0) внутренние напряжения;
2. Лёгкое отделение от подложки, без изменения заданной формы;
3. Отсутствие шероховатостей поверхности;
4. Сохранение геометрических размеров в процессе роста с увеличением толщины до 50-60мкм.

Такие осадки могут использоваться при изготовлении прецизионных плоских металлических деталей, геометрические размеры которых влияют на параметры устройств, используемых в современной радиоэлектронной аппаратуре.

Основное внимание в работе уделено исследованию влияния состава электролита и режимов осаждения на величину внутренних напряжений, а также изучению корреляции этой величины с другими физико-механическими свойствами покрытий, с их химическим составом и структурой.

10. СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Левин А.Н. Электрохимия цветных металлов. -М.: Металлургия, 1982.
2. Садаков Г.А. Гальванопластика. -М.: Машиностроение, 1987.
3. Казначей Б.Я. Гальванопластика в промышленности. -М.: Росгизм-
спром, 1955.
4. Вячеславов П.М., Волянчук Г.А. Электролитическое формование. -Л.:
Машиностроение, 1979.
5. Гальванопластика в промышленности. -М.: МДНТП, 1976.
6. Казначей Б.Я. Гальванопластическое изготовление изделий и инстру-
ментов.//ЖВХО, 1980. Т.25, № 2, с. 192-202.
7. Попилов Л.Я. Гальванопластика. -М-Л.: Машгиз, 1961.
8. Spiro P. Electroforming. Robert Draper LTN Teddington, 1971.
9. Hammond R.A.F. Nickel plating from sulfamate solution.//S. Metal
Finishing, 1970 v. 16, № 186, p. 109; № 187. P.205; № 188 p.234; № 189 p.276.
10. Safrunek W.H. The properties of electrodeposited metals and alloys. A.
Handbookea. Amer Elsevier Publ. Co, 1974.
11. Symposium on electroforming application uses and properties of
electroforming metals.//ASTM, 1972.
12. Symposium on sulfamic acid and its electrometallurgical application.
Milan. Edito dalla Associazione Nali and di metallurgia, 1976.
13. Бюбллиц Ю.С., Витек Яю, Семасина С.М.
14. Гальванопластика в промышленности. -М.: МДНТП, 1981.
15. Садаков Г.А., Бурьгина Э.Х., Полукаров Ю.М. Технология гальвано-
пластики. Справочник пособие. -М.: Машиностроение, 1979.
16. Jacobson B.E., Sliwa I.W. Structure and mechanical properties of
electrodeposited nickel.//Plut. and Surface Finish, 1979 v. 66, № 9 p. 42-47.
17. Sample C.L., Knapp B.B. Physical and mechanical properties of
electroformed nickel at elevated and sub-zero temperatures//In: Symposium on
electrming American Society for testing and materials. Philadelphia, 1982. p. 32-42.

18. Lee G.M.C., Iones W.I.D. The electrodeposition of nickel and nickel-iron alloys by the Ni-speed concentrated nickel sulphamate method//Trans. Inst. Metal. Finish, 1977, v. 55, № 2, p. 70-72.

19. Knapp B.B. Notes on-Nickel plating from sulfamate solutions//Plating, 1981, v. 58, № 12, p. 1187-1193.

20. Структура и физико-механические свойства электроосажденных сплавов железо-никель./С.А. Армянов, С.Д. Виткова, З.В. Семенова, Ю. М. Полукаров// Электрохимия, 1977, т. 13, № 3, с. 418-421.

21. Сутягина А.А., Горбунова К.М. Исследование процесса электрокристаллизации некоторых металлов в присутствии поверхностно-активных добавок, содержащих серу// ЖФХ, 1981, т. 35, № 11, с. 2514-2523.

22. Полукаров Ю.М., Семенова З.В. Структура и механические свойства осадков никеля, полученных в присутствии поверхностно-активных веществ//Электрохимия, 1982, т. 12, вып. 7, с. 1157-1160.

23. Полукаров Ю.М., Семенова З.В., Моисеев В.П. О состоянии серы в осадках никеля, полученных в присутствии серосодержащих добавок// Электрохимия, 1982, т. 12, вып. 7, с. 1153-1157.

24. Полукаров Ю.М., Семенов З.В. Микроструктура никелевых покрытий по данным гармонического анализа рентгеновских отражений//Электрохимические процессы при электроосаждении и анодном растворении металлов. -М.: Наука, 1969, с. 39-47.

25. Сутягина А.А. К вопросу о механизме включения серы в гальванические осадки//ДАН СССР, 1980, т. 131, № 1, с. 133-136.

26. Блестящие электролитические покрытия. Под ред. Ю.Ю. Матулиса. - Вильнюс: Минтис, 1969.

27. Казначей Б.Я., Рождественская А.К. Электроосаждение сплава никель-железо из сульфаминовокислого электролита//Труды ВНИИТР, 1966. Вып. 4 (14), с. 164-171.

28. Садыко Г.А., Мазин А.А. Электроосаждение сплавов Ni-Co, Ni-Fe, Co-Fe из сульфаминовокислых электролитов. Их структура и свойства. // Гальванопластика в промышленности. - М.: МДНТП, с. 31-41.

29. Электроосаждение сплавов Ni-Fe из сульфаминовокислых электролитов, структура и свойства. / Г.А. Садыков, А.А. Мазин, В.В. Гордиенко, В.В. Ковалев // ЖПХ, 1980, т. 53, № 9, с. 2038-2042.

30. Паярекене Д.С., Вальсюнас А.И. Наводораживание сплава никель-железо осаждаемого из сульфаминово-хлоридных электролитов. // Исследования в области осаждения металлов. - Вильнюс: АН ЛитССР, 1979, с. 148-152.

31. Покрyтия металлические и неметаллические неорганические. Методы контроля. ГОСТ 9302-88. - М.: 1988.

32. Левинзон А.М. Электролитическое осаждение металлов подгруппы железа. - Л.: Машиностроение, 1983.

33. Шиммель Г. Методика электронной микроскопии. - М.: Мир, 1972.

