

СОСТАВЛЕНИЕ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗА РАСТВОРА ХРОМПИКА ДЛЯ НАПОЛНЕНИЯ АНОДНО-ОКИСНОГО ПОКРЫТИЯ

Старостенко А.М.,

*студентка 3-го курса ВГУ имени П.М. Машерова, г. Витебск, Республика Беларусь
Научный руководитель – Белохвостов А.А., канд. пед. наук, доцент*

Для защиты от коррозии изделия из алюминиевых сплавов подвергают анодированию (электролитическая обработка в ванне с 20%-ным раствором H_2SO_4 при плотности тока 1–2 А/дм² и напряжения 10–12 В). Деталь является анодом, катодом служат свинцовые пластины. На поверхности детали образуется пленка окиси алюминия, эффективно защищающая металл от коррозии и вместе с тем придающая поверхности твердость и абразивную стойкость. Для увеличения стойкости покрытие обрабатывают 10%-ным раствором хромпика $K_2Cr_2O_7$. Наполнение покрытия анодно-окисным хромпиком производят для усиления защитных свойств, чтобы закрыть поры [2,3].

Цель исследования – составление методики экспресс-анализа определения дихромата калия и примесей (сульфаты) в растворе для наполнения анодно-окисного покрытия.

Материал и методы. Анодно-окисные покрытия, подвергаются наполнению в растворе бихромата калия. Эти покрытия являются хорошей основой для нанесения лакокрасочных покрытий, клеев, герметиков и т.п.

Для определения дихромата калия и сульфатов применяется перманганатометрия. Метод основан на восстановлении шестивалентного хрома до трёхвалентного раствором закисной соли железа. Сульфаты определяют весовым методом. Метод основан на осаждении сульфатов раствором хлористого бария, с последующим отделением осадка, прокаливанием и взвешиванием полученного сернокислого бария.

Результаты и их обсуждение. Анодно-окисные покрытия имеют пористое строение, неэлектропроводны, хрупки и склонны к растрескиванию при нагреве выше 100°C или деформациях.

Сопrotивление покрытия возрастает с увеличением его толщины, уменьшением пористости и повышением качества исходной поверхности. Царапины, риски, вмятины, острые кромки снижают электроизоляционные свойства покрытия [1].

Твердые анодно-окисные покрытия с толщиной 20-100 мкм являются износостойкими (особенно при использовании смазок), а также обладают тепло- и электроизоляционными свойствами.

Определение примесей сульфатов выполняют, чтобы вовремя узнать, менять раствор или нет. Допускается не более 4 г/дм³ сульфат ионов в растворе, если больше необходимо менять раствор. Определение двуххромовокислого калия необходимо, чтобы знать соответствует ли концентрация заложенной в технологии.

Определение дихромата калия

Двуххромовокислый калий определяют по хрому объёмным перманганатометрическим методом.

Избыток закисной соли железа титруют марганцовокислым калием.

Анализ выполняется в соответствии с правилами работ в химической лаборатории.

40 г соли Мора растворяют в 500 см³ воды, прибавляют 100 см³ серной кислоты (удельный вес 1,84), охлаждают, доливают водой до 1 дм³ и перемешивают.

10 см³ электролита разводят в мерной колбе на 100 см³, 1 см³ раствора переносят в коническую колбу емкостью 250 см³, приливают до 100 см³ воды, 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:5 и из бюретки 10 см³ соли Мора.

Соль Мора добавляют точно до изменения окраски раствора от желтой до зеленовато-голубой, что свидетельствует о полном восстановлении шестивалентного хрома. Избыток соли Мора титруют 0,1 н раствором марганцовокислого калия до появления слабо-розовой окраски раствора.

Параллельно проводят холостой опыт: в коническую колбу емкостью 250 см³ наливают 100 см³ дистиллированной воды, 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:5 и из бю-

ретки 10 см³ соли Мора. Полученный раствор титруют 0,1н раствором марганцевокислого калия до появления слабо-розовой окраски раствора.

Содержание (С) двуххромовокислого калия K₂Cr₂O₇ в г/дм³ рассчитывается по формуле:

$$C=(V-V_1) \cdot 49$$

Где V – объем 0,1 н раствора KMnO₄, израсходованный на титрование холостой пробы, см³;

V₁ – объем 0,1 н раствора KMnO₄, израсходованный на титрование избытка соли Мора, см³.

49 – коэффициент пересчета с марганцевокислого калия на двуххромовокислый калий с учетом разведения.

Определение сульфатов

На весах взвешивают 10 г хлористого бария и растворяют в 90 см³ воды при перемешивании.

В колбу емкостью 250 см³ отбирают 10 см³ электролита, разбавляют до 100 см³ водой, приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1,10 см³ этилового спирта и нагревают до перехода окраски раствора из желтой в зеленую, что свидетельствует о восстановлении шестивалентного хрома до трехвалентного. Затем раствор кипятят для удаления альдегида, образующегося при восстановлении хрома, что определяют по исчезновению характерного запаха. После этого раствор разбавляют горячей водой до 100 см³, приливают 10 см³ уксусной кислоты, нагревают раствор до кипения и перемешивая прибавляют 10-15 см³ горячего 10%-ного раствора хлорида бария. Раствор с осадком выдерживают на песчаной бане 30 мин и в теплом месте 2-3 часа, фильтруют через 3 обеззоленных фильтра «синяя лента», осадок промывают 1% раствором соляной кислоты, затем теплой водой, сушат, прокаливают при 800°С и взвешивают.

Содержание сульфат-ионов SO₄²⁻ в г/дм³ (С₁) рассчитывают по формуле:

$$C_1 = a \cdot 41,15, \text{ где } a - \text{ вес осадка сернокислого бария, г}$$

41,15 – коэффициент пересчета с сернокислого бария на анион серной кислоты.

Заключение. По результатам данной работы можно сделать выводы:

1. При анодировании размеры детали увеличиваются примерно на 0,5 толщины покрытия (на сторону).

2. Качество анодно-окисного покрытия повышается с улучшением чистоты обработки поверхности деталей.

3. Удаление других примесей в растворе для наполнения анодно-окисного покрытия сложно и неэкономично, поэтому при их накоплении целесообразнее сменить раствор.

Работа может иметь практическое применение на предприятии, производящем приборную продукцию в качестве инструкции для анализа раствора хромпика для наполнения анодно-окисного покрытия.

1. Виноградов С.С. Технология электрохимических производств/С.С.Виноградов. -Глобус, 2007.
2. ГОСТ 9.303-84 Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Общие требования к выбору (с Изменениями N 1, 2, 3, 4)
3. ГОСТ 9.306-85 Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Покрытия металлические и неметаллические неорганические.