



**Методические указания для выполнения
лабораторной работы
«Электролитическое получение
медного порошка»
по дисциплине «Химическая кинетика и
катализ»**

Энгельс 2026

**Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Энгельсский технологический институт (филиал)
федерального государственного бюджетного образовательного
учреждения высшего образования
«Саратовский государственный технический университет
имени Гагарина Ю.А.»**

**Методические указания для выполнения
лабораторной работы
«Электролитическое получение
медного порошка»
по дисциплине «Химия твердого тела»
для студентов направлений
18.04.01 – Химическая технология,**

Энгельс 2026

Введение

Металлические порошки являются в настоящее время ценным труднозаменимым исходным материалом многих твердых и магнитных сплавов, специальных сортов сталей, в производстве изделий с очень высокими и, наоборот, с очень низкими коэффициентами трения, используется как восстановитель, как материал для производства пористых электродов. Широко используются при производстве контактных устройств, металлокерамических нагревательных элементов крупного размера. Большое применение нашли металлические порошки при производстве тонких листов из никеля, меди, железа и карбидов металлов путем горячей прокатке порошков.

Существует несколько способов изготовления порошков, которые подразделяются на механические, физико-химические и электрохимические.

1. Механические способы:

- 1.1. Обработка металлов резанием и сверлением дает крупные размеры частиц неправильной формы - способ представляет интерес при использовании отходов производства.
- 1.2. Дробление и помол могут быть самостоятельными способами или добавочными материалами при других способах.
- 1.3. Гранулирование состоит в непрерывном размешивании расплавленного металла при постоянном охлаждении.
- 1.4. Распыление жидкого расплавленного металла на быстро движущейся поверхности. Способ выгоден для металлов с температурой плавления ниже 700°C .

2. Физико-химические способы:

- 2.1. Конденсация паров металлов на холодных поверхностях. Порошки получают высокой дисперсности и чистоты.
- 2.2. Термическая диссоциация химических соединений тугоплавких металлов. Этот способ применяется для разложения карбонидов никеля (при температуре выше 103°C). В таких порошках всегда есть примеси кислорода и углерода.
- 2.3. Восстановление окислов металлов и других соединений при высоких температурах, но ниже температуры плавления. Выбирая условия восстановления: исходное вещество, восстановитель, температуру и продолжительность процесса, получают металлические порошки разного состава, структуры и дисперсности. Этот метод применяется для получения вольфрамовых, молибденовых, кобальтовых, никелевых и железных порошков.

3. Электрохимические способы:

- 3.1. Цементация металлами из растворов: получение медного порошка цементацией железным скрапом или никелевым порошком; алюминиевым порошком осаждают порошки меди, никеля, железа.

Порошки, полученные этими способами всегда засорены избытком металла-восстановителя.

- 3.2. Цементация водородом имеет широкое промышленное применение для производства медных, никелевых и кобальтовых порошков.
- 3.3. Электролиз расплавленных сред при температурах ниже плавления металлов позволяет получать очень тонкие порошки хрома, вольфрама, молибдена, циркония, марганца и других металлов.
- 3.4. Электролиз водных растворов широко применяется для получения тонких, ветвистых по всей структуре порошкообразных металлов: меди, серебра, железа, никеля, цинка, кадмия, свинца, олова, сурьмы.

Медный порошок широко применяется для изготовления пористых бронзовых вкладышей для подшипников, медно-графитовых щеток для электрических машин, сердечников для электротехнических устройств, различных облицовок, токоподводящих частей.

Электролитический метод производства медных порошков дает высококачественный продукт.

Выделение на катоде порошкообразных металлов при электролизе растворов их солей связано, главным образом, с пропусканием через электролитическую ванну больших токов, близких по значению к предельной плотности тока или превосходящих ее. При этом в зоне электрохимического процесса - прикатодном пространстве, возникает недостаток разряжающихся ионов, что приводит к быстрой пассивации растущих граней кристаллов металла и образованию большого числа зародышей, слабо сцепленных с основой и растущих беспорядочно по направлению. Переход от компактных осадков к губчатым отложениям металлов происходит при высоких плотностях тока и объясняется резким понижением концентрации разряжающихся ионов в приэлектродном слое на катоде, когда ток становится равным предельному току диффузии или превышает его. При диффузионном контроле скорость восстановления ионов металла определяется по уравнению:

$$i = zF \frac{D}{\delta} (C_0 - C_s) \quad (7.1)$$

где i – плотность тока, А/см²; z – число электронов, участвующих в восстановлении металла; F – число Фарадея, Кл; D – коэффициент диффузии восстанавливаемого иона; δ – эффективная толщина диффузионного слоя, см; C_0 и C_s – концентрация разряжающихся ионов у поверхности катода и в объеме раствора, моль/см³.

Понижение концентрации кислоты и температуры в сульфатном электролите ведет к увеличению зерен порошка. Повышение плотности тока и уменьшение концентрации ионов меди ведет к уменьшению зерен.

Увеличение скорости перемешивания ведет к получению более однообразных по величине, но более крупных зерен.

При постоянной силе тока на ванне дисперсность порошка со временем уменьшается, т. к. в результате образования порошка на катоде плотность тока снижается.

На размер зерен порошка и его структуру существенное влияние оказывает кислотность электролита, концентрация реагирующих ионов в растворе, так же некоторые примеси. Например, примеси ионов хлора, соединений фосфора, мышьяка, серы и кремния в электролите способствуют получению нитеобразных и ветвистых зерен малой прочности.

Особенное внимание уделяется стабилизации медного порошка, т.е. предохранению его от коррозии и окисления. Поверхность каждого зерна надо предохранять от влаги, в которой растворяются газы: O_2 , CO_2 , SO_2 , N_2 , способствующие коррозии меди. Для этого рекомендуется создавать на зернах пленки высокомолекулярных, поверхностно-активных веществ. Таковые будут адсорбироваться своим полярным концом, другой же аполярный конец будут придавать частицам диспергированного металла гидрофобные свойства. В качестве такой гидрофибилизующей добавки испытаны и рекомендованы к применению растворы хозяйственного мыла.

Коррозионная стойкость медного порошка увеличивается от применения мыла в 50 -70 раз.

Требования, предъявляемые к медному порошку:

1. Зерна должны быть в форме дендритов, видимых при увеличении в 100 раз, средний размер зерен должен быть в пределах от 0,1 - 0,05 мм.
2. Химический состав: Cu - не менее 99,5 %; Fe – не более 0,022 %; Pb - не более 0,050 %; S - не более 0,005 %; Sb - не более 0,010 %; SO_4^{2-} - не более 0,10 %.

Практически оптимальный состав электролита и режим работы ванны определяются опытным путем.

Целью работы является изучение влияния температуры на качественные и количественные характеристики медного порошка.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Получение медного порошка производится в стеклянной или пластмассовой (из оргстекла) ванночке с медными электродами. Электрическая схема установки представлена на рис.2.1 в лабораторной работе № 2. Перед началом работы электроды необходимо механически зачистить наждачной бумагой, обезжирить этиловым спиртом, промыть холодной водой, протравить в 2-нормальном растворе серной кислоты в течение 10 с, затем промыть электроды в холодной проточной воде.

Состав электролита и режим электролиза для получения медного порошка:

Медь серноокислая, гидрат	20 – 40 г/л
Серная кислота ($d=1,84$ г/см ³)	100 – 150 г/л
Катодная плотность тока, i_k	25 А/дм ²

Процесс вести в течение 0,5 часа при комнатной температуре и в течении получаса при температуре 50-70⁰С (по заданию преподавателя). В процессе электролиза необходимо следить за постоянством силы тока и через каждые 5 минут производить замеры напряжения на ванне. После электролиза порошок собрать на фильтр, тщательно очистив катод и, при необходимости, отфильтровав раствор электролита.

Полученные порошки промыть на фильтре декантацией тремя сменами воды, после чего обработать 0,1% раствором мыла для предупреждения окисления порошка. Сушку порошков вести при температуре 80 - 90⁰С до постоянного веса, затем провести исследование их под микроскопом с целью определения величины и формы частиц.

Рассчитать выход по току и удельный расход энергии для каждого температурного режима электролиза (формулы для расчета приведены в лабораторной работе №2).

СОДЕРЖАНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТА

Результаты эксперимента и расчетные параметры представить в виде таблицы.

Результаты работы оформляют отчетом, в который необходимо включить сведения по теории, подробные описания порядка проведения опыта с регистрацией параметров режима осаждения, сводный график изменения напряжения от времени (U-t) в зависимости от температуры, расчёты и выводы по полученным результатам.

Результаты эксперимента

Параметры режима электролиза	Температура процесса, °С	
Плотность тока, А/дм ²		
Сила тока, А		
Среднее напряжение, В		
Характеристики медного порошка		
формы частиц		
размер частиц		
количество порошка, г		

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОКОНТРОЛЯ

1. Каков механизм образования рыхлых катодных осадков металлов?
2. Какие параметры раствора и режимы электролиза способствуют отложению рыхлых осадков металлов?
3. Как изменятся параметры электролиза (выход по току, напряжение, удельный расход электроэнергии) при замене медных анодов на нерастворимые (платиновые, свинцовые)?
4. Возможно ли без кулонометра рассчитать выход по току при получении медных порошков?
5. Как измерить электродную поляризацию при осаждении меди, если использовать в качестве электродов сравнения каломельный или хлорсеребряный электроды?
6. Как изменится структура медного порошка при его длительном наращивании (например, при его наращивании в течение нескольких часов)?
7. Каково назначение серной кислоты в электролите для получения медных порошков?

Рекомендуемая литература

1. Гамбург Ю.Д. Теория и практика электроосаждения металлов/Ю.Д.Гамбург, Дж.Зангари. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2015. – 438 с. Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/37106>. - ЭБС «IPRbooks», по паролю.
2. Теоретическая электрохимия: учебник / А.Л. Ротинян, К.И. Тихонов [и др.]. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Студент, 2013. – 496 с.
3. Целуйкина Г.В., Закирова С.М. Прикладная электрохимия. Методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу «Электрохимические технологии» – Энгельс: изд-во ЭТИ (филиал) СГТУ имени Гагарина Ю.А., 2015. – 51 с.
Режим доступа: <http://techn.sstu.ru/WebLib/17065.DOC>
4. Кудрявцева О.В. Техническая гальванопластика / О.В. Кудрявцева; ред. Г.К. Буркат. – 6-е изд. – СПб.: Политехника, 2010. – 148 с.
5. Виноградов С.С. Экологически безопасное гальваническое производство / под ред. В.Н. Кудрявцева. 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Глобус, 2002. – 351 с.
6. Грилихес С.Я. Электрохимические и химические покрытия / С.Я. Грилихес, К.И. Тихонов. – Л.: Химия, 1990. – 288 с.
7. ГОСТ 9.302-88
8. Гальванотехника: справочник. / Ф.Ф. Ажогин, М.А. Беленький, И.Е. Таль и др.; под ред. А.М. Гинберга. – М.: Металлургия, 1987. – 736 с.
9. Флеров В.Н. Сборник задач по прикладной электрохимии: учебное пособие для вузов. / В.Н. Флеров. 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Высшая школа, 1987. – 312 с.
10. Гальванические покрытия в машиностроении: справочник. / В.И. Игнатъев, Н.С. Ионычева, А.В. Маренчев и др.; под ред. М.А. Шлугера. – М.: Машиностроение, 1985. – Т.1. – 240 с.
11. Прикладная электрохимия: учебник для вузов. / Р.И. Агладзе, Т.А. Ваграмян, Н.Т. Тофман и др.; под ред. А.П. Томилова. 3-е изд., перераб. – М.: Химия, 1984. – 520 с.