

Ćwiczenie nr 10.1 Elektrolityczne cynkowanie stali – ochrona protektorowa

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z podstawowymi zagadnieniami elektrochemii takimi jak : galwaniczne nanoszenie powłok, szereg napięciowy metali, ogniwa galwaniczne, ochrona protektorowa. Studenci porównują rzeczywiste wyniki procesów elektrochemicznych ze spodziewanymi rezultatami wynikającymi z obliczeń teoretycznych oraz sprawdzają praktycznie zastosowanie praw Faradaya:

- nanosząc warstwę cynku na próbkę stalową obliczają teoretyczną grubość warstwy i wydajność prądową
- tworząc ogniwa elektrochemiczne porównują rzeczywiste napięcie pomiędzy elektrodami z teoretycznym
- porównując ubytek masy płytki stalowej w środowisku korozyjnym z ubytkiem masy płytki chronionej obliczają skuteczność ochrony przed korozją.

Aparatura i odczynniki:

- Wanienska do elektrolizy z elektrodami cynkowymi i elektrolitem,
- pojemnik z elektrolitem do montażu ogniwa,
- pojemnik z roztworem korozyjnym do wykonania doświadczenia ochrony protektorowej
- zlewka do korozji blaszki stalowej bez ochrony
- 1 blaszka cienka do nałożenia powłoki + 3 blaszki grubsze do ochrony protektorowej,
- zestaw elektrod: Zn, Cu, Al, mosiądz, Pb
- zasilacz stabilizowany z wbudowanym amperomierzem i woltomierzem ,
- miliwoltomierz cyfrowy,
- przewody elektryczne z wtyczkami bananowymi i krokodylkami,
- papier ścierny, bibuła,
- suszarka,
- waga elektroniczna
- suwmiarka
- H_2SO_4 (15%), metanol, trójchloroetylen.

Wykonanie ćwiczenia:

Ćwiczenie składa się z 4 części:

1. Przygotowanie próbek.

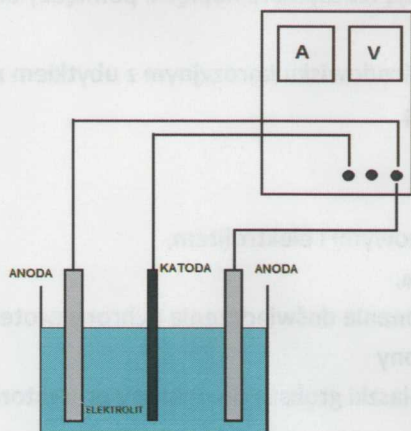
- Cienką blaszkę stalową oraz dowolnie wybrane dwie grubsze blaszki oczyścić z rdzy lub zabrudzenia papierem ściernym .
- Starannie wytrzeć próbki z pyłu za pomocą bibuły
- Próbki zważyć na wadze z dokładnością **do 0,001 g** – wagę zanotować (blaszki grubsze są oznaczone nawierconymi wgłębieniami)
- Odtłuścić próbki przez kilkukrotne zanurzenie w trójchloroetylenie (30 sekund) a następnie bezpośrednio w alkoholu metylowym poprzez zanurzenie w słoiku z alkoholem(10 s). Próbki zanurzać za pomocą drucika miedzianego lub pęsety.

Ćwiczenie nr 10.1 Elektrolityczne cynkowanie stali – ochrona protektorowa

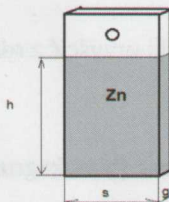
- Odtłuszczone próbki optukać pod bieżącą wodą wodociągową
- Grubsze blaszki odłożyć na bok do wykonania kolejnych części ćwiczenia
- Wytrawić cienna blaszkę w 15% roztworze kwasu siarkowego przez zanurzenie na 15 s
- Wytrawioną próbkę przenieść nad parowniczką do swojego stanowiska.

2. Naniesienie powłoki cynkowej .

- Zmontować (za pomocą przewodów) układ elektryczny do cynkowania według poniższego schematu.



- Zamontować (na sztywno) cienką płytkę stalową w wanience do elektrolizy
- Zanotować podane przez prowadzącego parametry cynkowania:
natężenie prądu
czas cynkowania
- Zaraz po włączeniu zasilania i ustawieniu natężenia przepływającego przez układ prądu zacząć odmierzać czas eksperymentu podany przez prowadzącego (1-1,5 h)
- Po upływie podanego czasu wyłączyć zasilacz, rozmontować układ, próbkę wyjąć, optukać wodą wodociągową, osuszyć za pomocą suszarki i zważyć na tej samej wadze z dokładnością do **0,001g**. Wynik zanotować.
- Zmierzyć wysokość szerokość i grubość ocynkowanej części płytki z dokładnością do 0,1 mm.



- Wykonać potrzebne obliczenia do arkusza sprawozdawczego. (obliczenia wykonać w domu)

Ćwiczenie nr 10.1 Elektrolityczne cynkowanie stali – ochrona protektorowa

3. Szereg napięciowy metali.

- Z załączonego zestawu elektrod wybrać dwie dowolne pary i umieścić najpierw jedną parę elektrod w naczyniu z elektrolitem oznaczonym napisem „OGNIWO” (jako elektroda może być użyta płytka stalowa)
- Elektrody połączyć przewodem elektrycznym na ok. 1 min. Po tym czasie rozłączyć elektrody.
- Nastawić miliwoltomierz na zakres 2000 mV. Zmierzyć napięcie pomiędzy elektrodami dotykając ostrzem przewodów dołączonych do miliwoltomierza, do elektrod.
- Wynik zanotować w tabeli.
- Wyjąć obie elektrody opłukać pod bieżącą wodą i odstawić na stanowisko.
- Obliczyć teoretyczną wartość napięcia jaka powinna być pomiędzy elektrodami. Porównać obie wartości, zastanowić się nad przyczyną różnic.
- To samo powtórzyć dla drugiej pary elektrod.

4. Ochrona protektorowa stali.

- Wybrać z zestawu elektrod odpowiednią dla stali elektrodę do ochrony katodowej lub anodowej. (stanowisko A – ochrona anodowa; stanowisko B- ochrona katodowa)
- Dwie odfuszczone wcześniej grube blaszki stalowe zanurzyć na 15 s w roztworze kwasu siarkowego i po wyjęciu **umieścić równocześnie** jedną w naczyniu oznaczonym „KOROZJA” (blaszka bez żadnej ochrony) a drugą w naczyniu oznaczonym napisem „OCHRONA ANODOWA/KATODOWA”. Zanotować, którą blaszkę włożyliśmy do naczynia „KOROZJA” a którą do naczynia „OCHRONA...”
- **Natychmiast** włożyć do naczynia „OCHRONA ANODOWA/KATODOWA” odpowiednią (wybraną wcześniej) elektrodę i połączyć, za pomocą przewodu elektrycznego, umieszczoną w naczyniu „OCHRONA ANODOWA/KATODOWA” blaszkę stalową i elektrodę ochronną.
- Zanotować godzinę i rozpocząć odmierzenie czasu – czas doświadczenia 1 godz.
- Po zakończeniu tej części doświadczenia rozłączyć blaszkę z elektrodą, wyjąć elektrodę i obie blaszki stalowe (i tą chronioną i tą bez ochrony ze zlewki oznaczonej „KOROZJA”).
- Opłukać blaszki i elektrodę pod bieżącą wodą wodociągową.
- Elektrode odstawić na stanowisko
- Blaszki wysuszyć suszarką i zważyć na wadze z dokładnością do **0,001 g**.
- Wyniki zanotować w tabeli i obliczyć efektywność ochrony protektorowej.

E - określenie efektywności działania ochrony protektorowej

$$E = (1 - [\Delta m_{\text{z ochroną}} / \Delta m_{\text{bez ochrony}}]) \times 100\%$$

Ćwiczenie nr 10.1 Elektrolityczne cynkowanie stali – ochrona protektorowa

5. Przykładowe obliczenia.

Zadanie 1.

Przeprowadzono elektrolizę cynku przy natężeniu prądu $I = 1$ [A] w czasie 20 minut. Oblicz grubość powłoki cynkowej, gęstość prądu, wydajność elektrolizy i szybkość nakładania powłoki jeżeli masa płytki stalowej wynosiła na początku $m_0 = 16,382$ g a na końcu $m_k = 16,727$ g a wymiary powierzchni ocynkowanej wynosiły: wysokość $h = 52,0$ mm, szerokość $s = 30,0$ mm, grubość $g = 1,0$ mm.

- Powierzchnia powłoki

$$S = 2x(hxs + hxg) + sxg$$

$$S = 2x(52x30 + 52x1) + 30x1 = 2x(1560 + 52) + 30 = 2x1612 + 30 = 3254 \text{ mm}^2 = 32,54 \text{ cm}^2 = 0,3254 \text{ dm}^2$$

- Gęstość prądu

$$J = \frac{I}{S} \text{ [A/dm}^2\text{]}$$

$$J = 1[\text{A}] / 0,3254 \text{ [dm}^2\text{]} = 3,0731 \text{ [A/dm}^2\text{]}$$

- Masa osadzonego cynku

$$\Delta m = m_k - m_0 \text{ [g]}$$

$$\Delta m = 16,727 - 16,382 = 0,345 \text{ [g]}$$

- Grubość powłoki cynkowej – d obliczona z definicji gęstości

$$\rho = \frac{m}{V} \text{ gdzie } m = \Delta m, V = S \times d$$

$$\text{stad } d[\text{cm}] = \frac{\Delta m[\text{g}]}{S[\text{cm}^2]\rho[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}]} \quad \text{gęstość cynku z tablic } \rho = 7,134 \text{ [g/cm}^3\text{]}$$

$$d = 0,345 / (32,54 \times 7,134) = 0,345 / 232,14 = 0,001486 = 1,486 \times 10^{-3} \text{ cm} = 1,486 \times 10^{-2} \text{ mm} = 14,86 \text{ }\mu\text{m}$$

- Wydajność prądowa

$$\eta = \frac{\text{przyrost masy rzeczywisty}}{\text{przyrost masy teoretyczny}} \times 100\% = \frac{\Delta m}{kIt} \times 100\% \quad \text{gdzie } k = k_{\text{zn}} = \frac{M}{Z \times F} = \frac{65,4[\frac{\text{g}}{\text{mol}}]}{2 \times 96500[\text{C}]} = 3,389 \times 10^{-4} \text{ [g/mol C]}$$

$$\eta = \frac{0,345}{3,389 \times 10^{-4} \times 1 \times (20 \times 60)} \times 100\% = x = \frac{0,345}{0,40668} \times 100\% = 84,83\%$$

- Szybkość nakładania powłoki

$$V_d = \frac{d[\mu\text{m}]}{t[\text{s}]}$$

$$V_d = 14,86 / 1200 = 1,24 \times 10^{-2} \text{ [}\mu\text{m/s]}$$

Zadanie 2.

Porównywano ubytek masy blaszek stalowych w środowisku korozyjnym. Jedna blaszka niczym nie chroniona miała po upływie 1 godziny ubytek masy $\Delta m_{\text{bez ochrony}} = 0,015$ g a druga z zastosowaniem ochrony protektorowej miała w tym samym czasie ubytek $\Delta m_{\text{z ochroną}} = 0,008$ g. Obliczyć efektywność ochrony zakładając, że warunki korozji w obu przypadkach były identyczne.

$$E = (1 - [\Delta m_{\text{z ochroną}} / \Delta m_{\text{bez ochrony}}]) \times 100\%$$

$$E = (1 - 0,008/0,015) \times 100\% = 46,67\%$$

Ćwiczenie nr 10.1 Elektrolityczne cynkowanie stali – ochrona protektorowa

Zadanie 3.

Zbudowane ogniwo elektrolityczne z elektrody stalowej i cynkowej wykazywało napięcie 0,21 [V].

Przyjmując założenie, że ogniwo było w warunkach standardowych porównaj uzyskany wynik z teoretyczną siłą elektromotoryczną ogniwa.

Z tablicy szeregu napięciowego:

- półogniwo Fe/Fe²⁺ ma potencjał -0,447 V

- półogniwo Zn/Zn²⁺ ma potencjał -0,763 V

$$SEM = -0,447 - (-0,763) = 0,316 \text{ V}$$

Zmierzone napięcie jest mniejsze od teoretycznego SEM ogniwa

6. Arkusz sprawozdawczy

10.1 Elektrolityczne cynkowanie stali, ochrona protektorowa

Dane do obliczeń	Parametry	Wyniki	Jednostki
	Warunki prowadzenia pomiaru	Natężenie prądu	
Czas elektrolizy			[min]
Gęstość prądu			[A/dm ²]
Wymiary powierzchni ocynkowanej	Wysokość		[mm]
	Szerokość		[mm]
	Grubość		[mm]
Pole powierzchni pokrytej powłoką			[dm ²]
Masa płytki przed naniesieniem			[g]
Masa płytki po naniesieniu			[g]
Masa wydzielonego cynku			[g]
Wydajność prądowa			[%]
Obliczona grubość powłoki			[μm]

Ogniwo	Napięcie obliczone (teoretyczne) [V]		Napięcie zmierzone [V]			
	Oznaczenie	Elektroda ochronna	Masa początkowa	Masa końcowa	Zmiana masy	Efektywność ochrony
Bez ochrony						
Ochrona katodowa						
Ochrona anodowa						

Ćwiczenie nr 10.1 Elektrolityczne cynkowanie stali – ochrona protektorowa

7. Szereg napięciowy metali

Metal	Reakcja redukcji	Wartość potencjału
Lit	$\text{Li}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Li}^0$	-3,04
Cez	$\text{Cs}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Cs}^0$	-3,026
Rubid	$\text{Rb}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Rb}^0$	-2,98
Potas	$\text{K}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{K}^0$	-2,931
Bar	$\text{Ba}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ba}^0$	-2,912
Wapń	$\text{Ca}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ca}^0$	-2,866
Sód	$\text{Na}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Na}^0$	-2,714
Magnez	$\text{Mg}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Mg}^0$	-2,372
Beryl	$\text{Be}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Be}^0$	-1,847
Glin	$\text{Al}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Al}^0$	-1,662
Mangan	$\text{Mn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Mn}^0$	-1,180
Cynk	$\text{Zn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Zn}^0$	-0,763
Chrom(III)	$\text{Cr}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Cr}^0$	-0,74
Żelazo(II)	$\text{Fe}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}^0$	-0,447
Kadm	$\text{Cd}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cd}^0$	-0,4030
Kobalt(II)	$\text{Co}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Co}^0$	-0,28
Nikiel	$\text{Ni}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ni}^0$	-0,257
Cyna(II)	$\text{Sn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Sn}^0$	-0,1375
Ołów(II)	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Pb}^0$	-0,1262
Żelazo(III)	$\text{Fe}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}^0$	-0,037
Miedź(II)	$\text{Cu}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cu}^0$	+0,3419
Miedź(I)	$\text{Cu}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cu}^0$	+0,521
Srebro	$\text{Ag}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Ag}^0$	+0,7996
Platyna	$\text{Pt}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Pt}^0$	+1,198
Złoto(III)	$\text{Au}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Au}^0$	+1,498
Złoto(I)	$\text{Au}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Au}^0$	+1,68