

**ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ ДЕНДРИТНОГО ОСАДКА МЕДИ  
ДЛЯ ПОРОШКА GG ПРИ СТУПЕНЧАТОМ ЗАДАНИИ ТОКА**

© О. Г. Резникова, А. Б. Даринцева, И. Б. Мурашова, 2013

ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет им. первого Президента  
России Б. Н. Ельцина», Екатеринбург, Россия, anyad@bk.ru

Дендритный осадок кристаллизуется при плотностях тока выше предельной. В промышленности медный порошок получают в гальваностатических условиях при нагрузке 12 кА, что соответствует начальной плотности тока  $3200 \text{ А/м}^2$ . С периодичностью 2 ч катодный осадок стряхивают, он осыпается на дно ванны и затем поступает на стадию послеэлектролизной обработки: сушку, размол и рассев. Формирование порошка разных марок проводят смешиванием осадков, состоящих из частиц разных фракций. В ходе электролиза структура дендритного осадка изменяется: вначале кристаллизуются тонкие частицы, которые затем превращаются в более крупные, а к моменту окончания активного роста образуется сплошная корка «закованного» осадка. Начально заданная плотность тока в связи с развитием площади фронта роста снижается, структура его упрощается. Для получения более однородного по составу порошка предлагается периодически увеличивать токовую нагрузку.

Исследования структуры дендритных медных осадков проводили из электролита получения медного порошка марки GG, содержащего 23 г/л  $\text{Cu}^{2+}$  и 150 г/л  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . С помощью потенциостата IPC-Pro методом хроновольтамперометрии на стрежневом медном электроде диаметром 2,5 мм определили предельную стационарную плотность тока, которая составила  $370 \text{ А/м}^2$ . Исследование динамики роста дендритного осадка проводили с регистрацией изменения потенциала электрода и одновременной видеозаписью роста дендритного осадка. Начальная плотность тока на рабочем электроде была равна заводской. Результаты исследования динамики роста представлены на рис. 1. В момент включения тока скачком поднимается перенапряжение электрода  $\eta$ ; по мере развития дендритного осадка катодного перенапряжения постепенное снижается. Весь период непрерывного наращивания дендритного осадка до заданного нижнего значения  $\eta$  составил 24 мин. Для установления влияния режима задания токовой нагрузки на структуру осадка данный период был разделен на четыре участка по 6 мин. Значения тока, который необходимо подавать на электрод, рассчитывали из результатов видеозаписи роста дендритного осадка:  $I = 3200 \cdot (d_0 + 2y)(t) \cdot H$ , где  $H$  – высота электрода, равная 8 мм. Согласно результатам обработки видеозаписи через 6 мин. после начала электролиза диаметр электрода с осадком составил 3,73 мм. Эксперимент с одним переключением тока проводили по следующей схеме: 6 мин. – ток 226 мА, затем подавали ток, равный 334 мА до спада перенапряжения. Результаты видеозаписи позволили установить, что диаметр электрода в опыте с одним переключением через 12 мин. от начала электролиза составил 4,91 мм.

Далее опыты проводили по аналогичной схеме с учетом реального диаметра электрода с осадком. Четыре переключения тока организовали по следующей схеме: 3 раза по 6 мин. в мА – 226; 334; 455 и 531 мА до спада перенапряжения 0,45 В (рис. 2).

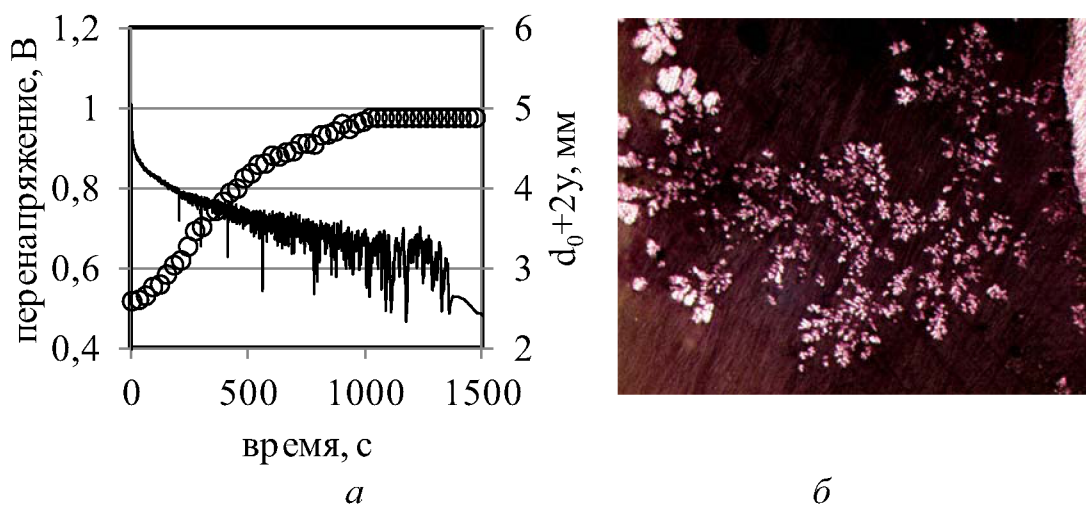


Рис. 1. Динамика развития дендритного осадка в ходе электролиза (а): перенапряжение (линия) и диаметр электрода с осадком (о); фотография поперечного среза шлифа дендритного осадка по окончании опыта (б), x10

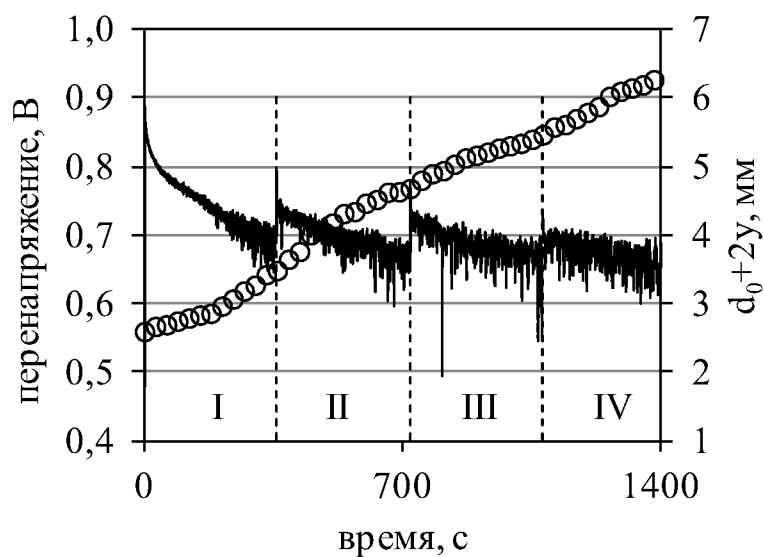


Рис. 2. Динамика развития дендритного осадка при четырехступенчатом гальваностатическом электролизе. Числами на графике показаны номера импульсов тока

При включении нового импульса тока перенапряжение скачком увеличивается (рис. 2), но не достигает максимального значения при предыдущего импульса. Предположительно такое явление связано с разной глубиной проникновения электрохимического процесса в слое дендритного осадка. Электрод с дендритным осадком представляет собой трехмерный электрод. Если принять, что поверхность всего электрода работает равномерно, проводим расчет глубины проникновения. Так к моменту окончания первого периода роста (6 мин от начала электролиза) при токе, равном 226 мА, диаметр электрода изменился и составил 3,49 мм. В момент первого повышения тока (с

226 до 335 мА) перенапряжение не достигает первоначального максимума, равного 0,89 В, поскольку процесс в этот момент идет уже не на гладкой поверхности, а на трехмерном электроде, и перенапряжение достигает значения только 0,795 В. Рассчитаем глубину проникновения: по хронопотенциограмме находим перенапряжение, которое соответствовало верхней границе в момент переключения (рис. 3), определяем диаметр электрода с осадком в этот момент времени и проводим расчет.

$$\lambda_{335} = (3,49 - 2,69) / 2 = 0,40 \text{ мм}$$

$$\lambda_{455} = (4,68 - 3,49) / 2 = 0,60 \text{ мм}$$

$$\lambda_{531} = (5,47 - 4,80) / 2 = 0,34 \text{ мм}$$

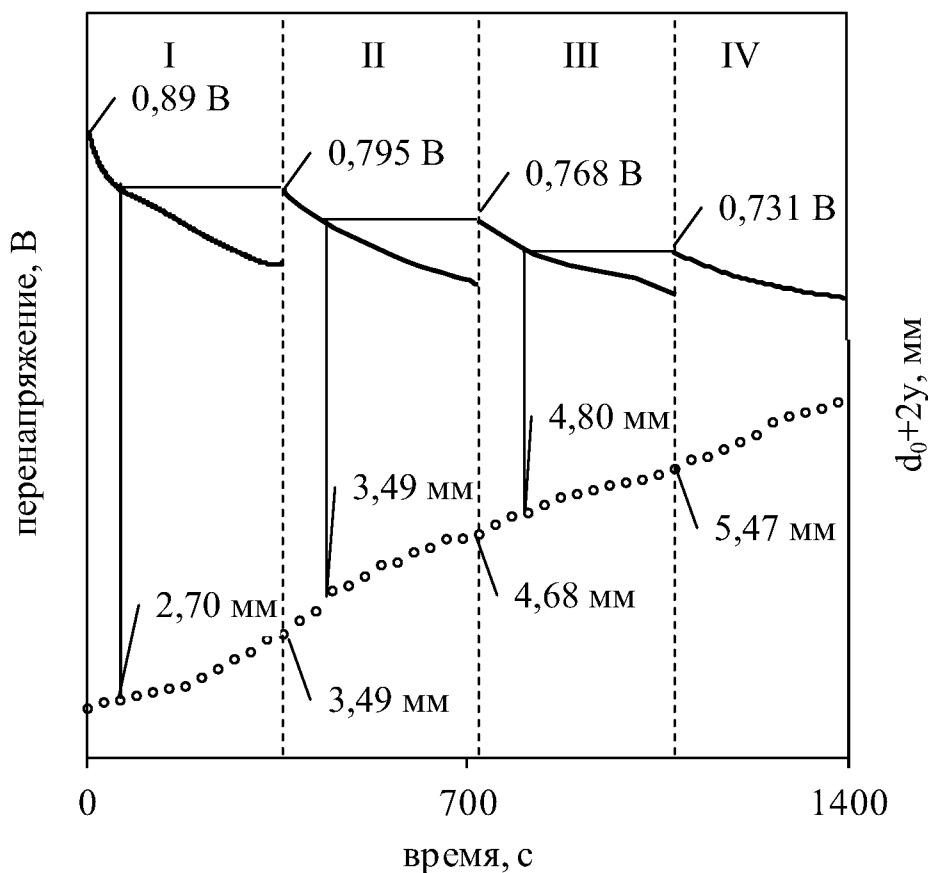


Рис. 3. Схема, поясняющая алгоритм расчета глубины проникновения на трехмерном дендритном осадке при ступенчатом гальваностатическом электролизе

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ грант №11-03-00226.*