

KOROZJA ELEKTROCHEMICZNA i OCHRONA PRZED KOROZJĄ.

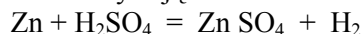
Ćwiczenie 1. - korozja z depolaryzacją wodorową

- Sprzęt: - blaszki Zn
- biureta
- pompka gumowa
- zlewki
- waga analityczna
- Odczynniki: - 1M H₂SO₄
- alkohol etylowy

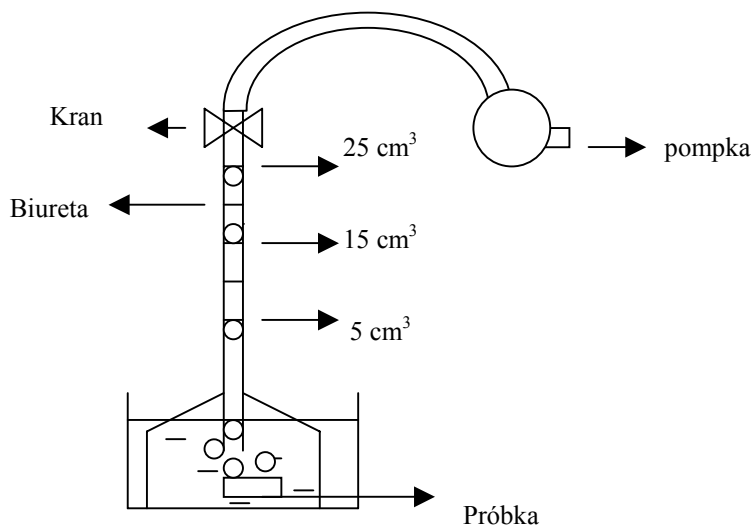
Celem ćwiczenia jest wyznaczenie szybkości korozji cynku w kwasie siarkowym (VI).

Opis ćwiczenia.

Jak wynika z reakcji elektrodowych ilość rozpuszczonego cynku jest proporcjonalna do ilości wodoru wydzielonego w reakcji przy założeniu, że obie reakcje są jedynymi procesami elektrodowymi. Można zatem określić szybkość korozji cynku bezpośrednio z ubytku masy próbek i pośrednio z ilości wydzielonego wodoru korzystając ze wzoru.



W tym celu oczyszczoną papierem ściernym blaszkę Zn przemywa się wodą, alkoholem, suszy suszarką, waży na wadze analitycznej (wyznaczenie masy m_0 - masy początkowej) oraz mierzy jej powierzchnię, S (suwmiarka). Następnie próbkę umieszcza się w układzie pomiarowym (Rysunek).



Po nalaniu kwasu do zlewki, roztwór zasysa się gumową pompką do biurety i zamyka kran. Od tego momentu należy notować obniżenie poziomu roztworu w biurecie co 3 minut przez ok. 15-30 min. Po pomiarze próbkę wyjmuje się z roztworu, przemywa strumieniem wody, usuwa się z powierzchni próbki starannie produkty korozji, przemywa alkoholem, suszy, i waży na wadze analitycznej (wyznaczenie masy końcowej – m_K – uwaga $m_K < m_0$). Wyniki pomiarów zanotować w tablicy wg wzoru:

Tabl. 1. Wyznaczanie szybkości korozji z pomiaru ubytku masy próbek.

	Czas t [min]	m_0 [g]	m_K [g]	Δm [g]	pow. S [mm ²]	V_c [g/m ² doba]	V_p [mm/rok]
Zn							

Tab. 2. Kinetyka szybkości korozji

czas [min]	odeczyt z biurety [cm ³]	Objętość wodoru [cm ³]	ilość moli H ₂	masa Zn [g]
0	25	25	0	

Opracowanie wyników.

1. Narysować wykres kinetyki korozji jako zależność objętości wydzielonego wodoru od czasu.
2. Obliczyć szybkość korozji cynku oraz podać wskaźniki szybkości korozji V_c i V_p przyjmując gęstość cynku $d = 7,14 \text{ g/cm}^3$ korzystając ze wzorów:

$$V_c = \frac{\Delta m}{s * t}, [g / m^2 * doba], \quad V_p = \frac{V_c * 365}{1000 * d}, [mm / rok]$$

3. Porównać szybkości korozji wyznaczone:
 - a) metodą grawimetryczną i
 - b) obliczoną na podstawie objętości gazowego wodoru wydzielonego w czasie reakcji.

Uwaga:

Zmierzoną w doświadczeniu objętość wodoru należy traktować orientacyjnie. W dokładniejszych pomiarach powinno się uwzględnić ciśnienie gazu oraz prężność pary wodnej nad roztworem w biurecie.

Ćwiczenie 2. - korozja z depolaryzacją tlenową

- Sprzęt: - blaszki Fe
 - zlewki
 - waga analityczna
- Odczynniki: - 1M NaCl
 - 1M NaCl + 0.1m. H₂O₂
 - alkohol etylowy

Uwaga:

Roztwór 1M NaCl + 0.1m. H₂O₂ przygotować przed pomiarem odmierzając 1 cm³ 10% wody utlenionej do kolby o objętości 100 cm³ i uzupełnić roztworem 1M NaCl.

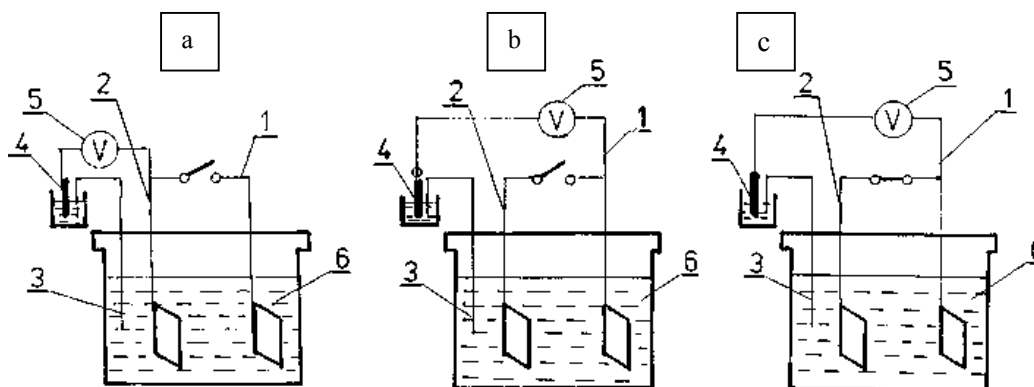
Celem ćwiczenia jest określenie wpływu koncentracji tlenu w roztworze na szybkość korozji żelaza. Woda utleniona rozkłada się wg. reakcji: $H_2O_2 = H_2O + O^*$
 O* jest tlenem atomowym (in statu nascendi) o znacznie wyższej aktywności niż tlen cząsteczkowy O₂. Tak więc ćwiczenie wykonuje się przy koncentracji tlenu w NaCl równej rozpuszczalności tlenu atmosferycznego oraz dodatkowo przy obecności O* pochodzącego z rozkładu H₂O₂.

Opis ćwiczenia.

Oczyszczone i zważone na wadze próbki żelaza (m_{O-NaCl} i $m_{O-NaCl+O^*}$) umieścić jedną w roztworze NaCl, a drugą w roztworze NaCl z H₂O₂. Po upływie około 30 min. próbki wyjąć z roztworów i ocenić optycznie stopień skorodowania każdej próbki. Następnie oczyszczone z produktów korozji i przemyte alkoholem blaszki wysuszyć i zważyć na wadze analitycznej (m_{K-NaCl} i $m_{K-NaCl+O^*}$). Na podstawie otrzymanych wyników obliczyć wskaźnik korozji V_c i V_p przyjmując gęstość żelaza = 7.89 g/cm³. Wyniki przedstawić w tabeli analogicznej do tabeli 1.

Ćwiczenie 3. - korozja kontaktowa

- Sprzęt: - elektrody Fe, Cu, Zn
- elektroda kalomelowa
- miernik potencjału
- klucz elektrolityczny
- układy pomiarowe wg schematu jak na poniższym rysunku
- Odczynniki: - 0.1M H₂SO₄
- alkohol etylowy



1 - elektroda Fe; 2-elektroda Cu (lub Zn); 3 - klucz elektrolityczny;
4 - elektroda kalomelowa; 5 - miernik potencjału; 6 - elektrolit

schemat a- pomiar potencjału elektrody Cu (lub Zn),

schemat b- pomiar potencjału elektrody Fe,

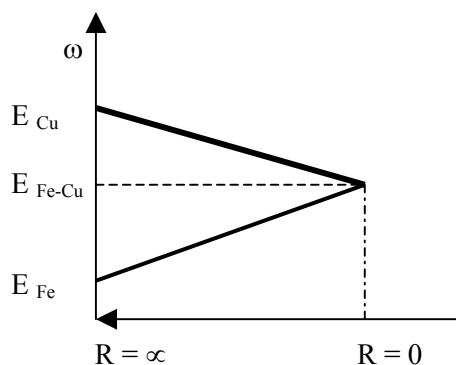
schemat c- pomiar potencjału ogniwa krótko zwartego Fe-Cu (lub Fe-Zn)

Opis ćwiczenia.

Oczyścić elektrody papierem ściernym, przemyć wodą i alkoholem etylowym. Kolejno zmierzyć wartości następujących potencjałów:

- potencjału elektrody Cu (schemat a)
- potencjału elektrody Zn (schemat a)
- potencjału elektrody Fe (schemat b)
- potencjału ogniwa krótko zwartego Fe-Cu
- potencjału ogniwa krótko zwartego Fe-Zn

Wyniki pomiaru przedstawić w formie wykresu $E = f(R)$, przyjmując dwie wartości rezystancji ogniwa: $R = \infty$ dla ogniwa otwartego i $R = 0$ dla ogniwa krótko zwartego, wzorując się na poniższym schemacie.

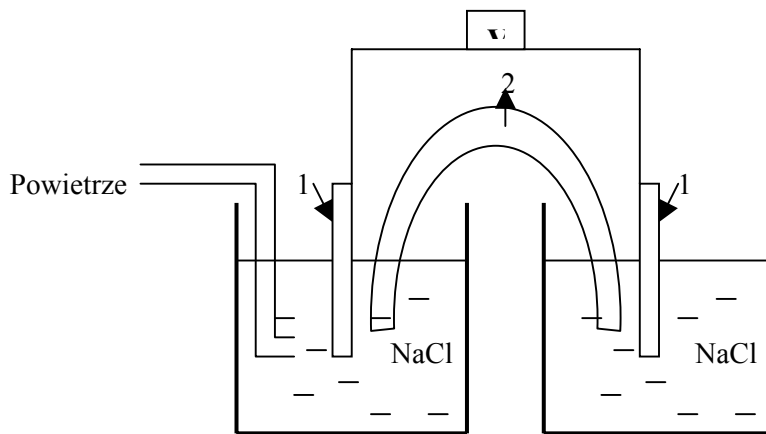


Ćwiczenie 4. Pomiar SEM stężeniowego ogniwa korozyjnego

- Sprzęt:
- 2 elektrody stalowe
 - 2 zlewki
 - miernik potencjału
 - klucz elektrolityczny
 - przewody elektryczne
 - rurka doprowadzająca powietrze
 - papier ścierny
- Odczynniki:
- 1M NaCl
 - alkohol etylowy

Opis ćwiczenia.

Elektrody oczyścić papierem ściernym, przemyć wodą, a następnie alkoholem. Zbudować ogniwo wg poniżej umieszczonego schematu i zmierzyć SEM ogniwa. Następnie włączyć pompkę doprowadzającą powietrze do jednej z elektrod i po kilku minutach ponownie odczytać SEM ogniwa.



Schemat ogniwa korozyjnego

1- elektrody stalowe; 2- klucz elektrolityczny, v- miernik potencjału

W opracowaniu wyników należy:

- 1) określić wpływ doprowadzanego powietrza (tlenu) na SEM ogniwa
- 2) określić, która elektroda jest katodą, a która anodą ogniwa korozyjnego
- 3) podać różnice w wyglądzie blaszek stalowych: katody i anody.

Ochrona przed korozją

Ćwiczenie 1. - Ochrona protektorowa

- Sprzęt: - blaszki: żelazna, cynkowa, miedziana
 - papier ścierny
- Odczynniki: - 0.1 M H₂SO₄
 - roztwór K₃ [Fe(CN)₆]
 - alkohol etylowy

Celem ćwiczenia jest ilustracja zmiany szybkości korozji żelaza w kontakcie z miedzią oraz cynkiem w roztworze kwasu siarkowego(VI). Jako wskaźnik stężenia jonów żelaza tworzących się wskutek korozji służy roztwór sześciocyjanożelazianu (III) potasu (żelazicyjanek potasowy). Odczynnik ten w reakcji z jonami Fe⁺² tworzy Fe₃[Fe(CN)₆] o zabarwieniu błękitnym.

Opis ćwiczenia.

Błaszki oczyścić papierem ściernym i przemyć alkoholem. Do trzech probówek nalać po 2 - 4 cm³ roztworu kwasu siarkowego (VI) z dodatkiem 2 - 3 kropli K₃ [Fe(CN)₆]. W trzech probówkach umieścić kolejno:

- a) blaszkę żelazną
- b) blaszkę żelazną zwartą z miedzią
- c) blaszkę żelazną zwartą z cynkiem

Po powstaniu niebieskiego zabarwienia wyjąć metale z próbek i porównać intensywność barwy roztworów. W którym przypadku szybkość korozji żelaza jest największa? W toku doświadczenia można także obserwować wydzielanie się gazu (wodoru) - na którym metalu zachodzi reakcja wydzielania wodoru i z jaką szybkością? Który metal jest protektorem w przypadku eksperymentu b) lub c)?

Ćwiczenie 2. – miedziowanie bezprądowe (chemiczne)

- Sprzęt: - blaszki stalowe - 3 szt.
 - zlewki
 - papier ścierny
 - suszarka
- Odczynniki: - roztwór do miedziowania o składzie: CuSO₄·5H₂O - 150g/dm³,
 - kwas cytrynowy - 10g/dm³, H₂SO₄ - 20g/dm³.
 - roztwór do trawienia - 18% HCl
 - stężony HNO₃
 - alkohol etylowy

Opis ćwiczenia.

Wziąć 3 blaszki stalowe: jedną z nich oczyścić papierem ściernym do uzyskania gładkiej powierzchni z metalicznym połyskiem. Pozostałe dwie blaszki wytrawić w stężonym HNO₃. Jedną blaszkę trawioną uprzednio w HNO₃ aktywować w roztworze kwasu chlorowodorowego do momentu wydzielania bąbelczek wodoru.

Powierzchnie blaszek zostały przygotowane następująco:

- a) blaszka mechanicznie oczyszczona
- b) blaszka pasywowana w stężonym HNO_3
- c) blaszka po pasywacji trawiona w HCl

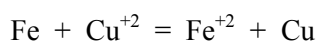
Blaszki przemyć bieżącą wodą i następnie alkoholem, wysuszyć. Blaszkę „c” zważyć na wadze analitycznej. Próbki zawiesić w zlewce napełnionej do połowy roztworem do miedziowania.

Proces miedziowania prowadzić:

przez 1 min. dla próbki a),
przez 3 min. dla próbki b)
przez 5 min. dla próbki c).

Po wyjęciu próbki przemyć bieżącą wodą, alkoholem, wysuszyć. Próbkę „c” zważyć ponownie.

W opracowaniu wyników porównać ilość i jakość osadzonej warstwy miedzi w zależności od sposobu uprzednio przygotowanej powierzchni. Obliczyć ilość wydzielonej (zredukowanej) miedzi na blaszce stalowej „c” ze zmierzonego przyrostu masy blaszki. W obliczeniach należy uwzględnić fakt, że równocześnie z wydzielaniem (redukcją) miedzi zachodzi reakcja utleniania (roztwarzania żelaza wg. równania:



Podczas roztwarzania 1 mola Fe (tj. 56 g Fe) wydziela się na blaszce 1 mol Cu (tj. 64 g Cu). Przyrost masy próbki $\Delta m. = 64 \text{ g} - 56 \text{ g} = 8 \text{ g}$ odpowiada wydzieleniu się 64 g miedzi na próbce. To należy uwzględnić w obliczeniach.

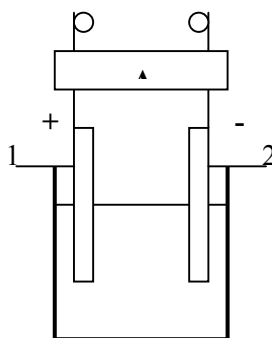
Ćwiczenie 3. – cynkowanie elektrochemiczne

Sprzęt: - elektrody: stalowa i cynkowa
- układ polaryzacyjny wg. schematu umieszczonego na poniższym rysunku
- papier ścierny
- suszarka

Odczynniki: - roztwór do cynkowania o składzie: $\text{ZnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} - 290 \text{ g/dm}^3$,
 $\text{ZnCl}_2 - 14 \text{ g/dm}^3$, $\text{H}_3\text{PO}_4 - 12 \text{ g/dm}^3$, $\text{pH} = 3.5 - 4.5$.
- alkohol etylowy

Opis ćwiczenia.

Powierzchnię blaszki stalowej oczyścić do połysku. Następnie przemyć wodą, odłuszczyć alkoholem, wysuszyć, zważyć na wadze analitycznej (m_0) i zmierzyć jej powierzchnię S. Połączyć układ elektryczny wg. schematu umieszczonego poniżej.



1 – blaszka cynkowa; 2 – blaszka stalowa

Nalać do zlewki roztworu do cynkowania, sprawdzić poprawność połączeń, a następnie włączyć zasilacz prądu stałego, ustawiając wartość prądu tak, aby gęstość prądu wynosiła ok. 2 A/dm^2 powierzchni cynkowanej blaszki. Proces elektrolizy prowadzić w temperaturze $25\text{-}40^\circ\text{C}$ przez około 10 minut.

Po zakończeniu cynkowania rozłączyć układ. Przemyc elektrody w bieżącej i destylowanej wodzie, wysuszyć oraz ponownie zmierzyć blaszkę (elektrodę) stalową. Roztwór zlać do naczynia na zużytą kąpiel. Przeprowadzić obserwacje makro- i mikroskopową otrzymanej powłoki cynkowej. Oceń rodzaj i wady powłoki.

W opracowaniu wyników obliczyć wydajność prądową procesu cynkowania w % jako stosunek przyrostu masy próbki cynkowanej do teoretycznej ilości wydzielonego cynku obliczonego z I prawa Faradaya. Równoważnik elektrochemiczny cynku, k , wynosi 1.22 [g/Ah]