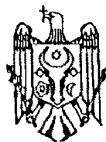




MD 4721 B1 2020.10.31

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **4721** (13) **B1**
(51) Int.Cl: C25D 3/12 (2006.01)

(12) BREVET DE INVENȚIE

In termen de 6 luni de la data publicării mențiunii privind hotărârea de acordare a brevetului de invenție, orice persoană poate face opoziție la acordarea brevetului	
(21) Nr. depozit: a 2019 0002 (22) Data depozit: 2019.01.02	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2020.10.31, BOPI nr. 10/2020
(71) Solicitant: INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ, MD (72) Inventatori: GOLOGAN Viorel, MD; SIDELNICOVA Svetlana, MD; IVAȘCU Sergiu, MD; MONAICO Eduard, MD (73) Titular: INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ, MD	

(54) Procedeu de depunere a acoperirilor din electrolit pe bază de nichel

(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la galvanotehnică, și anume la un procedeu de depunere a acoperirilor din electrolit pe bază de nichel pe suprafața pieselor metalice.

Procedeul, conform invenției, include depunerea acoperirii de nichel dintr-un electrolit, care conține, g/l: NiSO₄·7H₂O – 320, NiCl₂·6H₂O – 60, H₃BO₃ – 40, Cr₂(SO₄)₃·6H₂O – 0,5...2,5, Na₂C₂O₄ – 0,5, la o temperatură a electrolitului de 30...50°C și o densitate a curentului catodic de 0,2...0,8 kA/m², cu utilizarea unei surse de curent

2
trifazat și a unui dispozitiv inductiv-capacitiv, conectat consecutiv în circuitul de alimentare a băii galvanice, totodată dispozitivul este format din două blocuri – capacitiv și inductiv, conectate paralel între ele, blocul inductiv având inductanța în limitele 0,1...10,0 H, iar blocul capacitiv având capacitatea sumară în limitele 0,001...0,11 F.

Revendicări: 1

Figuri: 5

MD 4721 B1 2020.10.31

(54) Process for deposition of coatings from a nickel-based electrolyte**(57) Abstract:**

1
The invention relates to electroplating, namely to a process for deposition of coatings from a nickel-based electrolyte on the surface of metal products.

The process, according to the invention, comprises deposition of a nickel coating from an electrolyte, containing, g/L: $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 320, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – 60, H_3BO_3 – 40, $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – 0.5...2.5, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ – 0.5, at an electrolyte temperature of 30...50°C and a cathodic current density of 0.2...0.8

2
kA/m², using a three-phase current source and an inductive-capacitive device, connected in series into the feed circuit of the galvanic bath, at the same time the device is formed of two units – capacitive and inductive, connected in parallel to each other, the inductive unit has an inductance within the limits 0.1...10.0 H, and the capacitive unit has a total capacity within the limits 0.001...0.11F.

Claims: 1

Fig.: 5

(54) Способ нанесения покрытий из электролита на основе никеля**(57) Реферат:**

1
Изобретение относится к гальванотехнике, а именно к способу нанесения покрытий из электролита на основе никеля на поверхность металлических изделий.

Способ, согласно изобретению, включает нанесение никелевого покрытия из электролита, который содержит, г/л: $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 320, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – 60, H_3BO_3 – 40, $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – 0,5...2,5, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ – 0,5, при температуре электролита 30...50°C и плотности катодного тока 0,2...0,8 kA/m², с использованием источника трехфазного

2
тока и индуктивно-емкостного устройства, соединенного последовательно в цепи питания гальванической ванны, при этом устройство состоит из двух блоков – емкостного и индуктивного, соединенных параллельно между собой, индуктивный блок имеет индуктивность в пределах 0,1...10,0 Гн, а емкостный блок имеет суммарную емкость в пределах 0,001...0,11Ф.

П. формулы: 1

Фиг.: 5

Descriere:

5 Invenția se referă la galvanotehnică, și anume la un procedeu de depunere a acoperirilor din electrolit pe bază de nichel pe suprafața pieselor metalice.

Aspectul atractiv, rezistența la coroziune și proprietățile mecanice favorizează utilizarea mai largă a nichelului pentru scopuri decorative, de protecție și funcționale – nichelarea fiind unul dintre cele mai populare procese de galvanizare.

10 Este cunoscut un procedeu de nichelare electrolitică a pieselor metalice, utilizând electrozi de nichel suplimentari, instalați în volumul de lucru al băii galvanice, la care se aplică potențiale alternante periodice (pozitive și negative) asupra acestora, cât și asupra pieselor supuse nichelării și anodului-electrod de nichel [1].

15 Dezavantajul acestui procedeu constă în complexitatea tehnologiei de depunere a nichelului, intensitatea sporită a forței de muncă, totodată consumul de energie pentru activarea electrozilor și filtrarea electrolitului de nichelare conduc la o creștere a costului final al pieselor placate cu nichel.

Cea mai apropiată soluție este un procedeu de nichelare, utilizând electrolitul Watts cu următoarea componență, g/l: sulfat de nichel (II) 7-hidrat – 300, clorură de nichel (II) 6-hidrat – 45, acid boric – 38, la o temperatură a electrolitului de 45...65°C și o densitate a curentului catodic de 0,25...1 kA/m² [2].

20 Dezavantajele acestui procedeu constau în ductilitatea redusă, prezența tensiunilor interioare majorate și stabilitatea redusă a electrolitului în timpul procesului. Acest electrolit de nichelare are un șir de dezavantaje, dintre care se numără, în primul rând, sensibilitatea extremă raportată la abaterile de la modul de funcționare acceptat al băii și la prezența impurităților în electrolit. De asemenea, pot fi enumerate capacitatea de dispersie redusă și prezența unor tensiuni interioare majorate, care apar în stratul de acoperire în timpul procesului de depunere. Tot aici, trebuie de menționat prezența anionilor toxici și a substanțelor organice, care sporesc semnificativ complexitatea eliminării electrolitului uzat și a tratării apelor reziduale.

30 Problema pe care o rezolvă invenția revendicată constă în majorarea caracteristicilor calitative ale procesului de nichelare, și a proprietăților acoperirii depuse.

Procedeu, conform invenției, include depunerea acoperirii de nichel dintr-un electrolit, care conține, g/l: NiSO₄·7H₂O – 320, NiCl₂·6H₂O – 60, H₃BO₃ – 40, Cr₂(SO₄)₃·6H₂O – 0,5...2,5, Na₂C₂O₄ – 0,5, la o temperatură a electrolitului de 30...50°C și o densitate a curentului catodic de 0,2...0,8 kA/m², cu utilizarea unei surse de curent trifazat și a unui dispozitiv inductiv-capacitiv, conectat consecutiv în circuitul de alimentare a băii galvanice, totodată dispozitivul este format din două blocuri – capacitiv și inductiv, conectate paralel între ele, blocul inductiv având inductanța în limitele 0,1...10,0 H, iar blocul capacitiv având capacitatea sumară în limitele 0,001...0,11 F.

40 Rezultatul tehnic constă în stabilitatea în timp a caracteristicilor procesului de nichelare, la o densitate constantă și stabilă a curentului de electroliză și asigurarea caracteristicilor stabile și calitative ale stratului depus.

Invenția se explică prin desenele din fig. 1-5, care reprezintă:

- fig. 1, instalația experimentală pentru depunerea acoperirilor de nichel;
 - fig. 2, aspectul morfologic al acoperirilor de nichel pentru diferite condiții de depunere: densitatea de curent $i_k=6,2$ kA/m², temperatura electrolitului $t_{el}=40^\circ\text{C}$, inductanța $L=2$ H, capacitatea $C=22000$ μF, cu adaos (Cr₂(SO₄)₃·6H₂O – 2,5, Na₂C₂O₄ – 0,5, fără conectarea dispozitivului inductiv-capacitiv (DIC);

45 - fig. 3, aspectul morfologic al acoperirilor de nichel pentru diferite condiții de depunere: densitatea de curent $i_k=6,2$ kA/m², temperatura electrolitului $t_{el}=40^\circ\text{C}$, inductanța $L=2$ H, capacitatea $C=22000$ μF, cu adaos (Cr₂(SO₄)₃·6H₂O – 2,5, Na₂C₂O₄ – 0,5, cu conectarea DIC;

50 - fig. 4, aspectul morfologic al acoperirilor de nichel pentru diferite condiții de depunere: densitatea de curent $i_k=6,2$ kA/m², temperatura electrolitului $t_{el}=40^\circ\text{C}$, inductanța $L=2$ H, capacitatea $C=22000$ μF, fără adaos, fără conectarea DIC;

- fig. 5, aspectul morfologic al acoperirilor de nichel pentru diferite condiții de depunere: densitatea de curent $i_k=6,2$ kA/m², temperatura electrolitului $t_{el}=40^\circ\text{C}$, inductanța $L=2$ H, capacitatea $C=22000$ μF, fără adaos, cu conectarea DIC.

55 Instalația experimentală pentru depunerea acoperirilor de nichel (fig. 1) constă din sursa trifazată de curent continuu 1, dotată cu dispozitivul inductiv-capacitiv (DIC) și baia galvanică 2.

Principalul aspect urmărit a fost studiul tehnologiei de depunere a nichelului din electrolitul revendicat, cu sau fără conectarea DIC.

Încercările au fost efectuate în Laboratorul „Metode Electrofizice și Electrochimice de Prelucrare a Materialelor” Boris Lazarenko al Institutului de Fizică Aplicată.

5 În condiții de laborator pentru mostrele obținute s-a studiat interdependența dintre parametrii de decurgere a procesului galvanic analizat și aspectul morfologic al acoperirilor de nichel pentru diferite condiții de depunere (fig. 2-5).

10 Pentru fiecare probă s-a depus un strat de nichel cu grosimea de $\approx 120\mu\text{m}$. Mostrele au fost confecționate din oțel 3 (O12x2 mm). Compoziția electrolitului a fost identică pe întreaga perioadă a procesului de testare. S-au utilizat anodi din plasă de titan platinat.

Alegerea cromului ca "partener de depunere" pentru nichel a fost făcută, ținând cont de posibilitatea cromului de a influența asupra procesului de depunere și proprietăților acoperirilor de nichel.

15 În urma efectuării cercetărilor s-a constatat, că introducerea în electrolit a adaosului – sulfatului de crom (III) și a oxalatului de natriu ($\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - 2,5 \text{ g/l}$, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 - 0,5 \text{ g/l}$) este remarcat prin posibilitatea obținerii unor depuneri de nichel calitative, cu morfologie satisfăcătoare (fig. 2, 3). Se poate de remarcat, că în acoperirile de nichel nu a fost depistată prezența cromului, ceea ce confirmă că adaosul a influențat numai asupra procesului de depunere a nichelului.

20 Referitor la morfologie, pentru aceeași densitate de curent de $0,62 \text{ kA/m}^2$, aceeași compoziție a electrolitului și același indice pH 4,5, utilizarea sursei cu conectarea DIC, reglat la parametri optimi, conform procedurii propus, contribuie la o tendință de fragmentare a agregatelor cristalice, caracterizate prin grupări de forme regulate, amplasate uniform pe suprafața depunerilor.

Modul de dezvoltare ale acestor grupări este prezentat în fig. 3, unde sunt alcătuite din agregate cristalice identice, de ordin micrometric.

25 Parametrii optimi de reglare a dispozitivului – L_{op} și C_{op} , au fost determinați în comun cu eficacitatea procesului de nichelare – $L = 2 \text{ H}$, $C = 0,022 \text{ F}$.

Deși eficacitatea sporită a procesului de nichelare propus nu a oferit posibilitatea de a influența asupra vitezei de depunere, acesta a crescut de la 83 la 88 μm pe oră, iar asupra microdureității s-a modificat de la $\approx 3,5 \text{ GPa}$ la $\approx 5,0 \text{ GPa}$.

30 De menționat, că toate aceste date experimentale sunt confirmate perfect de cele prezentate în sursa [В.Ф. Гологан, Ж.И. Бобанова, С.Х. Ивашку, В.А. Мазур, Б. Пушкашу Особенности влияния параметров индуктивноёмкостного устройства на процесс никелирования // ЭОМ. 2007. №5], unde se aduce o corelare dintre parametrii procesului electrochimic (polarizarea, spectrele componentelor variabile din circuitul galvanic) și parametrii metalografici (morfologie, structură) etc. Și aici, studiul morfologic a arătat, că acoperirile convenționale de nichel erau determinate de o prezență sporită a defectelor de suprafață (fig. 4), iar prin conectarea DIC (L_{opt} , C_{opt}) s-a contribuit la o diminuare considerabilă ale acestora (fig. 5). Deși densitatea de curent a fost majorată de la 0,2...0,4 la $0,8 \text{ kA/m}^2$, acoperirile de nichel, obținute conform procedurii propus, au fost de o calitate satisfăcătoare.

40 Aceleași calificative se pot atribui acoperirilor de nichel și din aspectul structural. Dacă pentru regimul de nichelare fără conectarea DIC studiul denotă o structură rudimentară, alcătuită din agregate cristalice de mărimi considerabile, în cazul conectării DIC, pentru aceeași densitate de curent, sunt percepute structuri mult mai fine, omogene, cu un grad major de fragmentare a agregatelor cristalice.

45 Implementarea procedurii revendicat este posibilă în toate instalațiile cunoscute de depunere a acoperirilor de nichel prin conectarea DIC.

(56) Referințe bibliografice citate în descriere:

1. RU 2431000 C2 2011.10.10
2. Шлугер М. Гальванические покрытия в машиностроении, 1985, том 1, с. 107

(57) Revendicări:

Procedeu de depunere a acoperirilor din electrolit pe bază de nichel, care include depunerea acoperirii de nichel dintr-un electrolit, care conține, g/l: $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 320, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – 60, H_3BO_3 – 40, $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – 0,5...2,5, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ – 0,5, la o temperatură a electrolitului de 30...50°C și o densitate a curentului catodic de 0,2...0,8 kA/m², cu utilizarea unei surse de curent trifazat și a unui dispozitiv inductiv-capacitiv, conectat consecutiv în circuitul de alimentare a băii galvanice, totodată dispozitivul este format din două blocuri – capacitiv și inductiv, conectate paralel între ele, blocul inductiv având inductanța în limitele 0,1...10,0 H, iar blocul capacitiv având capacitatea sumară în limitele 0,001...0,11 F.

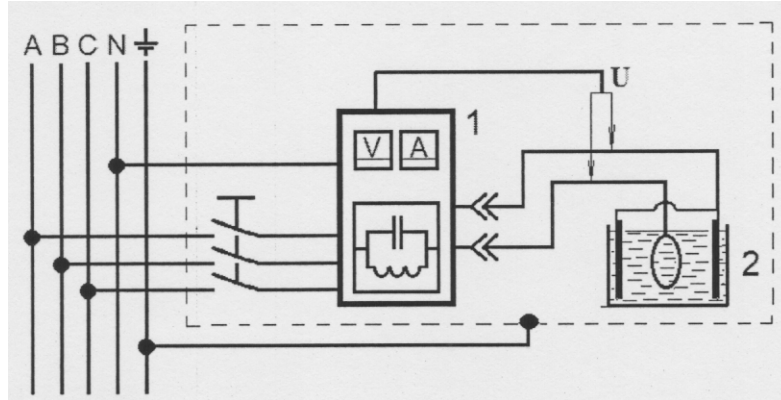


Fig. 1

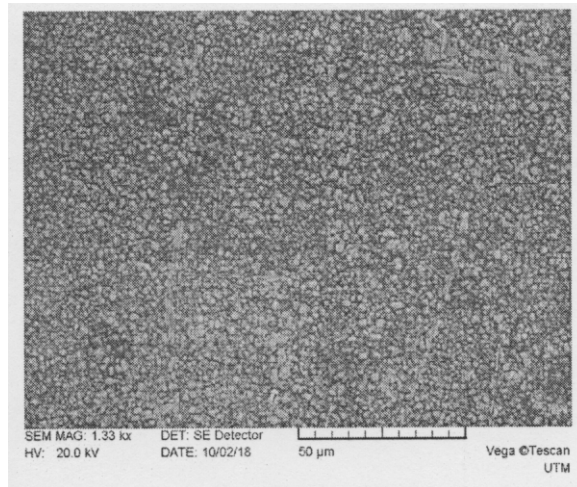


Fig. 2

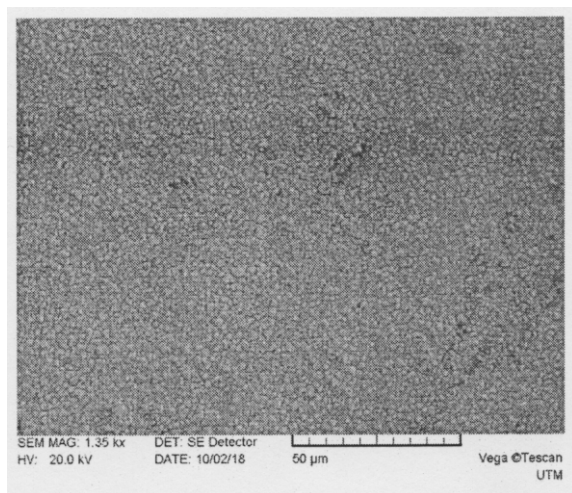


Fig. 3

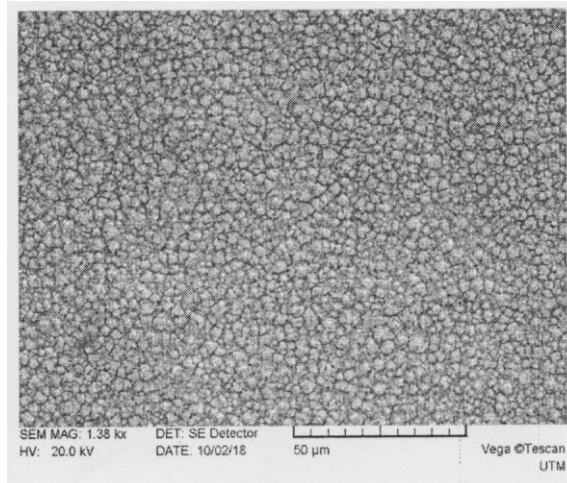


Fig. 4

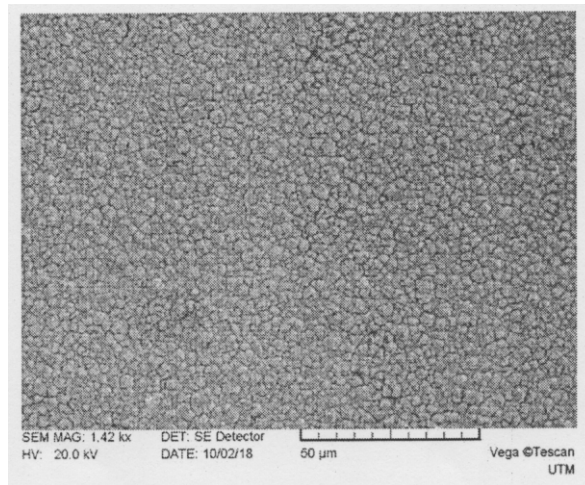


Fig. 5