

Descriere:

Invenția se referă la procedeele automate de reglare a proceselor de depunere galvanochimică a acoperirilor metalice și poate fi întrebuințată în industria constructoare de mașini și aparate, pentru asigurarea condițiilor tehnologiilor fără deșeuri sau cu cantitate redusă a lor în producția electrochimică.

Se cunosc procedee de reglare a regimurilor tehnologice și a componenței electroliților băii galvanice [1]. Însă, din cauza dificultății controlului concomitent al componenței lor, ele nu sunt aplicabile pentru reglarea proceselor de electrodepunere. Totodată, există tendința de întrebuințare industrială largă a electroliților cu concentrații joase, pentru depunerea aliajelor electrolitice a metalelor și nemetalelor. Această tendință reiese din premisele ecologice, deoarece întrebuințarea lor permite: micșorarea eliminării substanțelor toxice în apele reziduale în timpul operațiilor de spălare a pieselor acoperite și respectiv a cheltuielilor pentru purificarea apelor; micșorarea pierderilor ireparabile ale substanțelor prețioase. În același timp, acești electroliți se epuizează repede din punct de vedere al componentelor de bază, inclusiv a celor nerecuperabile, din cauza dizolvării anodice.

Cel mai apropiat, după esența tehnică și rezultatul obținut, este procedeul reglării automate a proceselor de depunere a acoperirilor metalice. El se efectuează pe calea selectării probelor de electrolit la filtrarea lui încontinuu, controlului concentrației componentelor, comparării rezultatelor obținute și dozării soluțiilor de săruri epuizate corectate [2]. Neajunsul acestui procedeu constă în dificultatea simultaneității controlului instrumental și reglării procesului de electrodepunere a aliajelor metalelor cu fosforul sau alte nemetale, deoarece acești electroliți, cu excepția ionilor de metal, conțin și săruri de reducători de tipul hipofosfatului de Na. Acest fapt micșorează exactitatea reglării procesului.

Rezultatul tehnic al invenției constă în majorarea exactității reglării procesului depunerii electrochimice a acoperirilor de Ni-P din electroliții cu concentrații joase rapid epuizabili.

Esența invenției constă în faptul că în procedeul cunoscut de reglare automată a procesului de regenerare a soluțiilor de electroliți cu concentrații joase pentru depunerea electrochimică a acoperirilor Ni-P, care constă în selectarea probelor de electrolit la filtrarea lui neîntreruptă, controlul concentrației componentelor, compararea rezultatelor obținute și dozarea soluțiilor corectate de săruri epuizate, din curentul electrolitului epuizat de bază se selectează un microcurent până și după introducerea soluțiilor corectate, folosite ulterior în calitate de control, din care primul după control este supus prelucrării în câmp de curenți cu frecvență înaltă pe catalizator metalic, microfiltrării și controlului ulterior, concentrația ionilor de nichel fiind controlată în acest caz pe calea măsurării densității optice la lungimea de undă $\lambda = 632 \text{ nm}$.

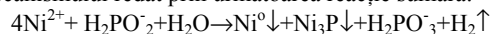
Electrolitul de aplicare a suprafețelor nichel-fosfor constă din următoarele componente: (g/l):

Clorură de nichel	- 15-20
Acetat de sodiu	- 10-15
Hipofosfit de sodiu	- 7-10
Acid boric	- 3-5
Adaosuri de luciu	- 0,1-0,5.

Din aceste componente sărurile de nichel și hipofosfitul de sodiu se consumă cel mai repede, deoarece ele participă la formarea suprafețelor funcționale. Din această cauză procesul industrial necesită control permanent și reglarea compoziției electrolitului pentru a menține permanent concentrația componentelor la nivelul apropiat celei de sus.

Invenția garantează controlul conținutului componentelor indicate prin intensificarea reducerii anticatalitice a ionilor de nichel de cantitatea reminiscentă a ionilor de hipofosfit din soluție pe un catalizator încălzit, situat într-un câmp de curenți de înaltă intensitate cu suprafață de contact destul de mare.

Totodată, are loc reducerea ionilor de nichel de către ionii de hipofosfit până la stare metalică sau în formă de Ni_3P conform mecanismului redat prin următoarea reacție sumară:



Fazele reduse se depun prioritar pe suprafața catalizatorului, stimulând astfel procesul ulterior de sedimentare, proces ce decurge anticatalitic.

O cantitate mică a fazelor reduse de metal se poate elimina și în volumul soluției, datorită existenței în el a centrelor catalitice active conform aceleiași reacții.

În compoziția electroliților de depunere a suprafețelor nichelfosfor conținutul sărurilor de nichel este tot timpul mai mare decât concentrația ionilor de hipofosfit, din această cauză procesul de reducere conform ecuației de mai sus decurge până la consumarea deplină a ionilor reducători. În conformitate cu aceasta, micșorarea concentrației ionilor de nichel față de conținutul inițial în electrolit, datorită reacției de reducere anticatalitică, este proporțional conținutului în electrolit a ionilor de hipofosfit. La rândul său concentrația ionilor de nichel se determină ușor fotocolorimetric conform valorii densității lor optice. Acest fapt permite asigurarea controlului mai precis și reglarea automată a procesului de regenerare a electrolitului aplicând concomitent doi parametri de bază - conținutul ionilor de nichel și a ionilor de hipofosfit.

În desen este prezentată schema-bloc a dispozitivului pentru îndeplinirea procedurii propus.

Proba electrolitului epuizabil inițial, care circulă neîntrerupt la filtrare, din baia 1 cu ajutorul pompei cu filtru 2 prin conducta magistrală 3 și microconducta 4 se îndreaptă spre cuva curgătoare 5 cu emițătorul 6, apoi nimereste în microreactorul 7, în care este instalată o plasă metalică 8. Aceasta plasă, la introducerea câmpului CFÎ de la inductorul 9, în rezultatul cărui fapt are loc încălzirea ei locală joacă rolul de catalizator la reducerea chimică a ionilor de Ni cu hipofosfit. Aceasta asigură oxidarea deplină a ionilor de hipofosfit și scăderea proporțională a concentrației ionilor de Ni în proba selectată, care în urma microfiltrării suplimentare pe filtrul 10 se îndreaptă spre cuva curgătoare 11 cu emițătorul 12, iar apoi din nou în conducta magistrală 3 și, împreună cu partea principală circulantă a electrolitului, pătrunde în amestecătorul 13, unde se amestecă cu soluția corectată de clorură de Ni, admisă din vasul 14 cu ajutorul supapei 15, dirijate de mecanismul 16, și cu soluția corectată de hipofosfit de Na, admisă din vasul 17 prin supapa 18, dirijată cu ajutorul mecanismului de îndeplinire 19.

După corectarea electrolitului cu componențele epuizate, prin microconducta 20 se efectuează selecționarea suplimentară a unei probe, admise spre cuva curgătoare 21, dotate cu emițător 22, după ce soluția de electrolit se reîntoarce în conducta magistrală 3, care asigură revenirea electrolitului în baia de lucru 1.

Semnalele electrice caracteristice pentru densitatea optică la lungimea de undă $\lambda = 632 \text{ nm}$ a soluției epuizate de electrolit, fixate cu ajutorul emițătorului, și de asemenea electrolitului cu conținut scăzut de ioni de Ni în urma reducerii lor chimice parțiale cu hipofosfit, corespunzătoare pierderii proporționale a concentrației lui în electrolitul epuizat și fixată cu ajutorul emițătorului 12 și

concomitent - electrolitului corectat, fixată cu ajutorul emițătorului 22, se admite la 1, 2, 3 intrări directe ale amplificatorului sumar. De la ieșirea amplificatorului 23 se înregistrează semnalele dezacordului, determinate de diferența densității lor optice a soluțiilor cuvelor curgătoare 5, 11, 21, care după amplificare în amplificatorul de proporție 24 se admit la intrarea reglatoarelor 26 și 27, dirijate cu ajutorul mecanismelor de îndeplinire 16 și 19, supapelor 15 și 18. Totodată, se asigură demarcarea semnalelor în amplificatorul sumar 23, care caracterizează diferența concentrației ionilor de Ni^{2+} în soluția epuizată, fixată de emițătorul 6 și soluția corectată, reglată spre valoarea dată a concentrației finale cu ajutorul emițătorului 22, pentru dirijarea corespunzătoare cu deschiderea și închiderea supapei 15, cu ajutorul amplificatorului de proporție 24, reglatorului 26 și mecanismului de îndeplinire 16, pentru dozarea automată a cantității date de intrare și ieșire de la amplificatorul de inversie 23, care caracterizează concentrația rămasă de hipofosfit de Na în soluția de lucru epuizată a electrolitului, determinată după diferența concentrațiilor ionilor de Ni în cuvele curgătoare 5 și 11, fixată de emițătorul 6 și 12.

Semnalul delimitării și ieșirii din amplificatorul de inversie 23 este admis la amplificatorul de proporție 25, apoi la intrarea reglatorului 27, dirijat cu ajutorul mecanismului de îndeplinire 19 și supapa 18, pentru dozarea automată corespunzătoare a cantității date de soluție corectată de hipofosfit de Na în amestecătorul 13.

Experimental s-a stabilit că odată cu schimbarea concentrației ionilor de Ni în electrolitul epuizat și cel de lucru 1, având valorile între 0,5 - 20 g/l (după ionii de Ni^{2+}), densitatea optică a soluțiilor are caracter liniar la lungimea de undă $\lambda = 632$ nm, precum și după reducerea lor chimică cu exces de hipofosfit de Na, efectuată în câmpul CFÎ. De asemenea, s-a stabilit că alte substanțe și elemente chimice din componența electrolitului pentru depunerea electrochimică a acoperirilor de Ni-P (acetatul de Na, acidul boric, adaosuri de lucru) nu împiedică determinarea concentrației ionilor Ni^{2+} , deoarece au spectre de absorbție diferite.

De asemenea, experimental s-a stabilit că la trecerea probei selecționate de soluție de electrolit prin catalizatorul în formă de plasă are loc procesul reducerii heterogene chimice a ionilor de Ni^{2+} la suprafața catalizatorului, până la epuizarea practic completă a ionilor de hipofosfit în soluție, concentrația cărora în electrolit tot timpul este mai joasă decât concentrația ionilor de Ni^{2+} . Drept catalizator poate servi, de exemplu, o plasă de oțel răsucită în formă de rulou și nichelată în prealabil, care se încălzește în câmp CFÎ prin intermediul inductorului, montat în partea exterioară a celulei.

Cantitatea ionilor de hipofosfit în soluție în timpul acestei reacții este direct proporțională descreșterii concentrațiilor ionilor de Ni, datorită reducerii lor, fixate după densitatea optică la lungimea de undă $\lambda = 632$ nm.

Din punct de vedere constructiv, celula curgătoare, pentru reducerea catalitică a ionilor Ni^{2+} cu ionii de hipofosfit în câmpul CFÎ, se confecționează de tip deschis, pentru evacuarea hidrogenului format în procesul reacției și a vaporilor apăruți în urma posibilei supraîncălziri a catalizatorului. Ea este utilată cu filtru interior demontabil pentru filtrarea unei cantități mici de particule de Ni redus, care, de asemenea, se pot forma în acest proces caracteristic pentru reducerea chimică a metalelor, iar evacuarea soluției din celulă se efectuează prin ștuțul lateral instalat deasupra filtrului, pentru curgerea liberă a probei de electrolit, intrate deja în reacție și limpezite în celula pentru determinarea cantității rămase de ioni de Ni^{2+} după valoarea densității optice, care în ultima instanță caracterizează concentrația ionilor de hipofosfit în soluția epuizată de electrolit.