



KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

71.772/BT
PCT/NL99/00400

KIVONAT

Eljárás nikkelt hab előállítására és az eljárással előállított nikkelt hab

A találmány tárgya eljárás nikkelt-hab előállítására az alábbi műveleti lépésekben:

- elektromosan vezető felületű hordozó-hab előállítása,
- nikkelt leválasztása a hordozó-habra elektrolizáló fürdőben,
- a hordozó-hab eltávolítása,

azzal jellemezve, hogy

- az elektrolitikus leválasztást elektrolizáló fürdőben végezzük, egymást követően egy elő-leválasztó zónában és egy fő-leválasztó zónában,

- a habra 0,5 - 19 g/m² nikkelt választunk le, fékező eszközök alkalmazása mellett, a nikkelt növekedésének legalább az elektrolitikus leválasztás göcképződési fázisában való fékezése céljából,

- a fő-leválasztó zónában a nikkelt a kívánt mennyiségben választjuk le, úgy, hogy az utoljára leválasztott nikkelt-hab fajlagos tömege 200 - 400 g/m² közé esik, miközben az elektrolit áramlásának iránya megfordul és az elektrolit áramlási iránya változásának frekvenciája a fő-leválasztó zónában 1 mHz - 0,1 Hz között van,

- a fürdő vezetőképessége 20 °C hőmérsékleten legalább 200 mS/cm;

A találmány tárgya továbbá a fenti
~~valamint az ezzel az eljárással előállított nikkelt-hab.~~

Jelle. ábra: ϕ
 Lk



71.772/BT
PCT/NL99/00400

S.B.G. & K.
Nemzetközi
Szabadalmi Iroda
Budapest, Andrásy út 113.
Fax: 34-24-323

A2

**KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY**

Eljárás nikkell hab előállítására és az eljárással előállított nikkell hab

Stork Screens B.V., Boxmeer, NL

Jelen találmány tárgya elsősorban eljárás nikkell-hab előállítására, amely az alábbi lépésekből áll:

- villamosan vezető felületű hordozó-hab előállítása,
- nikkell leválasztása az hordozó-habra elektrolizáló fürdőben,
- a hordozó-hab eltávolítása.

Ez a módszer már az előző eljárásokból ismeretes.

Az alkalmazott hordozó-hab a gyakorlatban szerves hab-anyag, amilyen például a poliuretán-hab, poliészter-hab polisztirol-hab vagy a polipropilén-hab, azonban szerves szálakból készült szálal anyagok, mint például pamut, gyapjú cellulóz stb., illetve szintetikus szálak ugyancsak használhatók. Az ilyen szerves hab-anyagokat az elektrolitikus bevonás előtt vezetővé kell tenni, ami elérhető például vákuumtechnikai módszerek alkalmazásával, mint gáz diffúzióval, katódporlasztással vagy ionos leválasztással. Ezzel kapcsolatos utalás található az EP 0,151,064 lajstromszámú szabadalmi leírásban. Kémiai fémbevonás ugyancsak lehetséges.

A szerves hab-anyagokon kívül, amelyeket vezetővé kell tenni, lehetséges bármilyen típusú hordozó-hab alkalmazása, amely vezető felülettel rendelkezik, mint amilyenek a vezető műanyag habok vagy amilyenek a fémhabok, például az alumínium hab. Más szavakkal, bármilyen habanyag alkalmas a találmány szerinti hordozó-habként, amennyiben ez a hordozó-hab a fém felvitele után kémiai/fizikai vagy egyéb módszerekkel eltávolítható.

A hordozó-hab eltávolítása lehetséges pirolízissel, vagy valamely oldószer segítségével. Ugyancsak lehetséges a hordozó-hab elgázosítása, illetve elbontása magas hőmérséklet vagy sugárzás hatására.

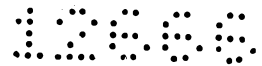
Mind ez ideig nem sikerült olyan fémhab előállítása, amelynek alacsony a fajlagos tömege (fajsúlya), de mégis nagy a szakítószilárdsága.

A régebbi eljárásoknál nagy szakítószilárdságú fémhabok előállításának céljára rétegelt anyagokat állítottak elő. A fémhab rétegeket rendszerint gáz rétegekkel vagy hasonlókkal kombinálták. Ezzel kapcsolatos utalás található az EP 0,392,082 lajstromszámú szabadalmi leírásban, amely ilyen eljárásra vonatkozik.

Jelen találmány egyik tárgya eljárás fémhab előállítására, amelynek viszonylag kicsi a fajlagos tömege és viszonylag nagy a szakítószilárdsága.

Ennek elérése céljából jelen találmány olyan jellegű - a bevezetésben bemutatott - módszert ír le, amelyet a következők jellemeznek:

- az elektrolitikus leválasztást galvanizáló fürdőben, egymást követő elő-leválasztó zónában és fő-leválasztó zónában hajtják végre;
- az elő-leválasztó zónában a habot $0,5 - 19 \text{ g/m}^2$ nikkelt réteggel vonják be, fékező eszközök alkalmazása mellett, amelyek fékezik nikkelt növekedését, legalább az elektrolitikus leválasztási folyamat göcképződési szakaszában;
- a fő-leválasztó zónában leválasztják a kívánt mennyiségű nikkelt, úgy, hogy az utoljára leválasztott nikkelt-hab fajlagos tömege 200 és 400 g/m^2 közé essék, mialatt



az elektrolit áramlási-iránya megfordul; az elektrolit áramlási-irány változásának frekvenciája a fő-leválasztó zónában 1 mHz és 0,1 Hz között van;

- a fent leírt galvánfürdő vezetőképessége 20 °C hőmérsékleten legalább 200 mS/cm.

A találmány szerinti eljárással előállítható nikkell-habnak viszonylag alacsony fajlagos tömege (fajsúlya) ellenére viszonylag nagy a szakítószilárdsága. Az utoljára leválasztott nikkellhab fajlagos tömeg előnyösen 300-350 g/m².

Meglepő módon azt tapasztaltuk, hogy ha a fém (fém gócek) növekedése szokatlanul lassú, az utoljára leválasztott nikkell-hab szakítószilárdsága - a hordozó-habról való leválasztás után - nagyon nagy. Ezen túlmenően lehetségesnek látszik egy nagyon kedvező, úgynevezett DTR (diameter-thickness-ratio - átmérő/vastagság arány) érték kiválasztása, például nagyon közel ahhoz az értékhez, amely a fém vastagságnövekedésének a hab vastagságából látható mértéke.

Ennek elérésére a nikkell növekedésének lassítására az elő-leválasztó zónában fékező eszközök használatosak, legalább az elektrolitikus bevonási művelet gócképződési fázisában.

Számos módszer alkalmas fékezést előidéző eszközként, de a következők kiválasztása előnyös: az elő-leválasztó zónában alkalmazott áramsűrűség, amely a fő-leválasztó zónáénak legfeljebb 1/40-ed része lehet, illetve szén tartalmú anyagok alkalmazása a fürdőben.

A széntartalmú anyagok használata további lehetőséget nyújt a kedvező növekedési körülmények kiválasztására, azaz a nikkell kedvező irányban választható le.

A széntartalmú anyagok alkalmazása önmagában ismeretes. Az US 5,584,983 lajstromszámú szabadalmi leírás ismerteti alkalmazásukat a fémbevonat kedvező növekedésének biztosítására.



Széntartalmú anyagokat előnyösen alkalmaznak másodlagos (másodosztályú?) fényesítő adalékként. Különösen előnyösen a másodlagos fényesítő adalék olefin vagy alkin, főként 1,4-butindiol.

Az elő-leválasztás során előnyösen legalább $0,5 \text{ g/m}^2$ nikkelt választunk le. A gyakorlatban legkedvezőbb mintegy 6 g/m^2 . Fontos, hogy az elő-leválasztás művelete folyamán a leválasztott mennyiség ne haladja meg a 19 g/m^2 -t.

Az elő-leválasztó zónában az áramsűrűség a fő-leválasztó zóna áramsűrűségének legfeljebb 1/40-ed része és még kedvezőbb módon a fő-leválasztó zónában használt áramsűrűség 1/200-ad része.

Az elő-leválasztó zónában az áramerősség 5 - 150 A lehet, míg a fő-leválasztó zónában 2000 - 6000 A.

Az elektrolit áramlási sebessége a fürdőben előnyösen $1 - 30 \text{ m}^2/\text{m}^2/\text{h}$.

Azt tapasztaltuk, hogy a találmány szerinti fékező eszközök alkalmazásának eredményeként lényegesen több és egyúttal kisebb fém góc keletkezik a fürdőben az úgynevezett gócképződési fázis során. Ugyanakkor a gócok eloszlása is kedvezőbb.

Egyik különleges megvalósítási módnál növeljük a fürdő vezetőképességét. Azt találtuk, hogy ennek eredményeként még jobb a fémgócok eloszlása a hordozó-habon és még inkább nő a számuk és csökken a méretük.

A fürdő vezetőképessége előnyösen növekszik vezetőképesség-növelő anyag fürdőbe vitele révén. Ilyen vezetőképesség-növelő anyagokra példaként az alábbiak szolgálnak: alkálifém sók, a Na, K, Li, Cs, Rb, Mg és NH_4 szulfátjai/szulfamátjai.

Noha a találmány nem határolja be a sebességet, amellyel a hordozó-hab áthalad a fürdőn, a kedvező mozgási sebesség $5 - 20 \text{ m/h}$ között van.

Ámbár a találmány szerinti jelen leírás két leválasztó zónából álló fürdőre utal, ugyanúgy lehetséges két külön fürdő, azaz egy elő-leválasztó fürdő és egy fő-leválasztó fürdő használata.



Jelen találmány tárgya végül egy nikkelhabs, amely a találmány szerinti eljárással állítható elő.

A továbbiakban a találmányt egy példával kívánjuk még részletesebben megvilágítani.

Példa

S1 jelzésű - a kereskedelemben beszerezhető - különböző fajlagos tömegű nikkelhabs fajtákat hasonlítottunk össze S2 jelzésű - a találmány szerinti eljárással előállított - különböző fajlagos tömegű nikkelhabs fajtákkal. Az eredményeket a táblázat mutatja:

TÁBLÁZAT

Fajlagos tömeg (g/m ²)	Szakítószilárdság (N/mm) S1	Szakítószilárdság (N/mm) S2
200	0,75	1,50
300	1,45	2,15
340	1,70	2,50
400	2,20	2,85

A felhasznált habs vastagsága 1,6 mm volt, 67 ppi mellett. A találmány szerinti nikkelhabs előállítása az alábbi körülmények mellett történt: a fürdő vezetőképessége 300 mS/cm, az elektrolit áramlási irányának megváltozási frekvenciája 8 mHz, az elektrolit áramlási sebessége 20 m³/m²/h, a fürdő 1,4-dibutindiol koncentrációja 40 mg/l, az elő-leválasztás poliuretán-habra 15 g/m² nikkels volt. A leválasztás után a poliuretán-habot pirolízissel eltávolítottuk és a nikkelhabsot hőkezeltük.

A mellékelt ábrák közül az

1. ábra a nikkelt góccok szkennings-elektronmikroszkóppal készített fényképét mutatja egy habon, közvetlenül egy - másodlagos fényesítő adalékként 1,4-butindiol tartalmazó - elektrolizáló fürdőben végzett leválasztás gócképződési fázisa után, míg a
2. ábra a nikkelt góccok szkennings-elektronmikroszkóppal készített fényképét mutatja egy habon, közvetlenül egy - a régebbi technológiáknak megfelelő, fékező eszközt nem tartalmazó - elektrolizáló fürdőben végzett leválasztás gócképződési fázisa után.

Az 1. ábrán és a 2. ábrán látható fényképek összehasonlítása világosan megmutatja, hogy a találmány szerinti fékező eszköz alkalmazásakor az elektrolizáló fürdőben, a gócképződési fázis folyamán, figyelemreméltóan kisebb és jobb eloszlású nikkelt góccok jönnek létre a hordozó-hab felületén.



SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás nikkelhabs előállítására az alábbi műveleti lépésekben:

- elektromosan vezető felületű hordozó-habs előállítása,
- nikkels leválasztása a hordozó-habra elektrolizáló fürdőben,
- a hordozó-habs eltávolítása,

azzal jellemezve, hogy

- az elektrolitikus leválasztást elektrolizáló fürdőben végezzük, egymást követően egy elő-leválasztó zónában és egy fő-leválasztó zónában;

- a habra $0,5 - 19 \text{ g/m}^2$ nikkelt választunk le, fékező eszközök alkalmazása mellett, a nikkels növekedésének legalább az elektrolitikus leválasztás göcképződési fázisában való fékezése céljából;

- a fő-leválasztó zónában a nikkelt a kívánt mennyiségben választjuk le, úgy, hogy az utoljára leválasztott nikkels-habs fajlagos tömege $200 - 400 \text{ g/m}^2$ közé esik, miközben az elektrolit áramlásának iránya megfordul és az elektrolit áramlási iránya változásának frekvenciája a fő-leválasztó zónában $1 \text{ mHz} - 0,1 \text{ Hz}$ között van;

- a fürdő vezetőképessége 20°C hőmérsékleten legalább 200 mS/cm .

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a fékező eszközt az alábbiak közül választjuk ki:

- az elő-leválasztó zónában a leválasztáshoz olyan áramsűrűség alkalmazása, amely a fő-leválasztó zónáénak legfeljebb $1/40$ -ed része;

- szén tartalmú anyagok alkalmazása a fürdőben.

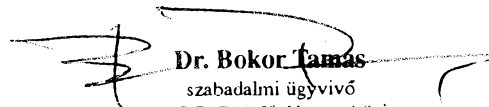
3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a fürdő vezetőképességét növeljük.



4. A 3. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a fürdő vezetőképességét egy anyaggal növeljük, amely a fürdőbe juttatva megnöveli a vezetőképességet.

5. Nikkel-hab, amely egy vagy több előző igénypont szerinti eljárással állítható elő.

A meghatalmazott



Dr. Bokor Tamás

szabadalmi ügyvivő

az S.B.G. & K. Nemzetközi

Szabadalmi Iroda tagja

H-1062 Budapest, Andrássy út 113.

Telefon: 34-24-950, Fax: 34-24-323

Mell.: 2 rajz (2 ábra)
Lé

**KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY**

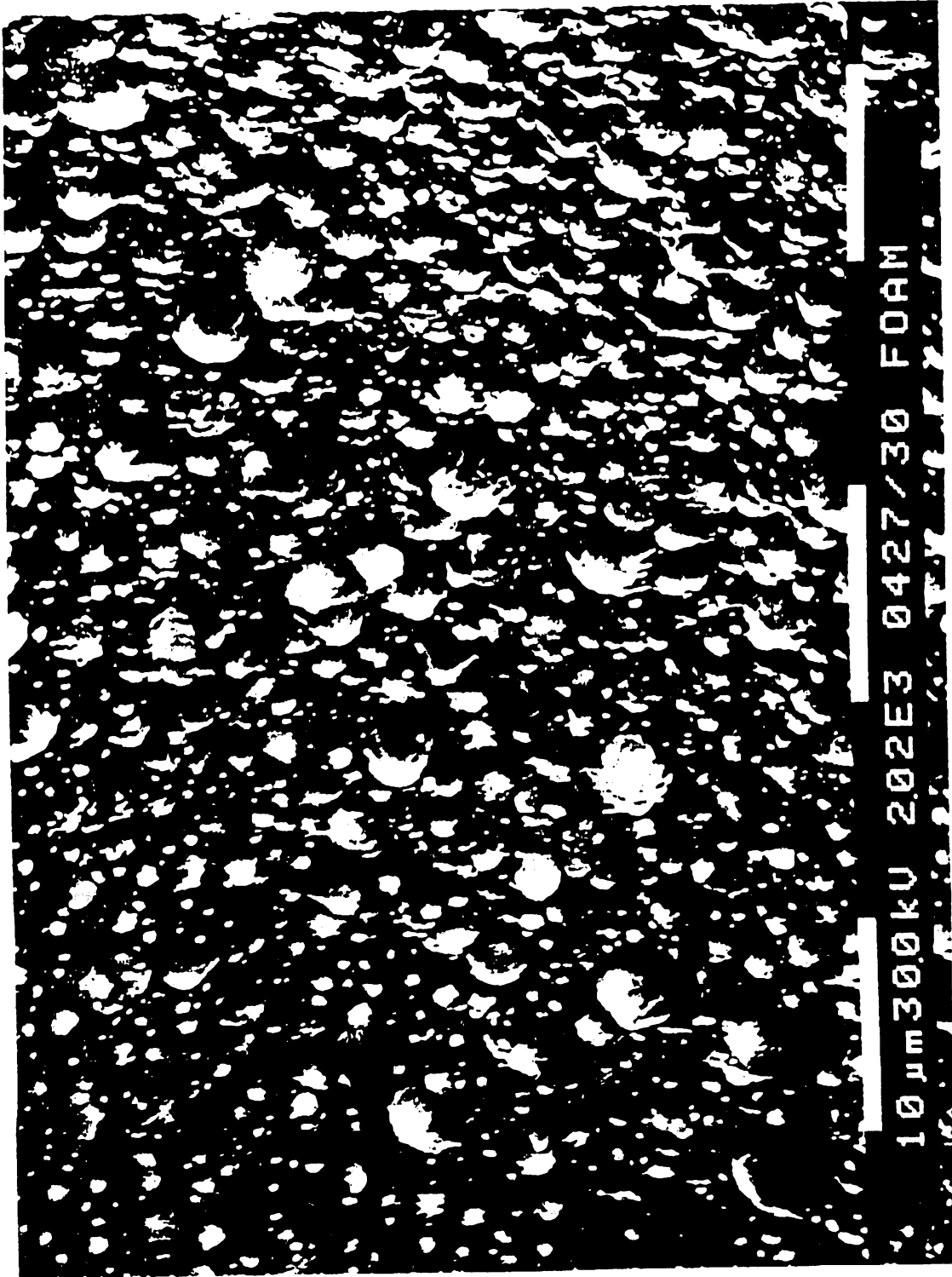


FIG. 1

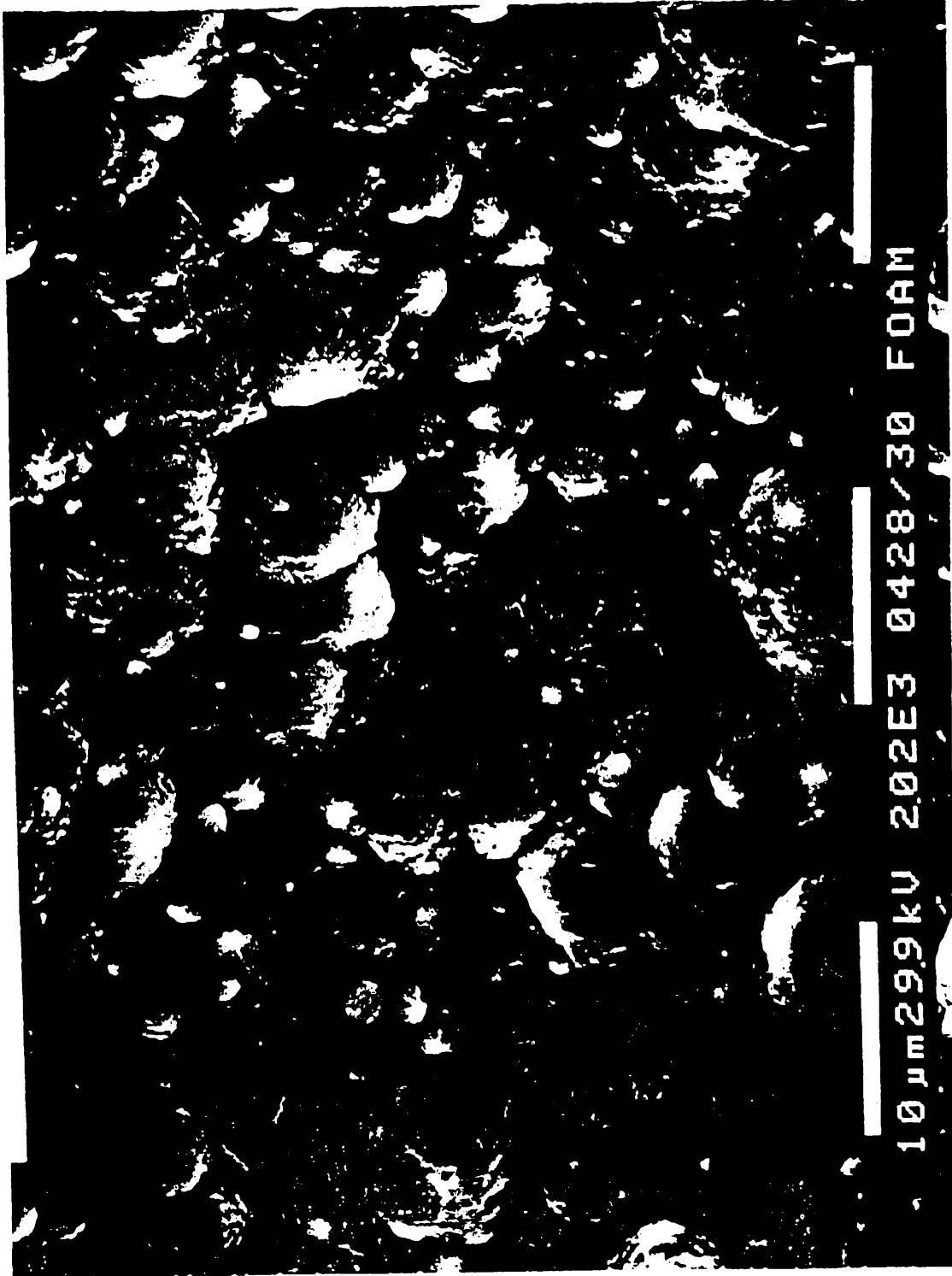


Fig. 2