



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 19.04.1968 (P. 126531)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 20.12.1975

Kl. 48a,5/30

MKP C23b 5/30

CYTELNA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: William John Waterman

Uprawniony z patentu: Vandervell Products Limited, Londyn (Wielka
Brytania)

Sposób galwanicznego pokrywania przedmiotów indem

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób galwanicznego powlekania indem przedmiotów, przydatny zwłaszcza, chociaż nie wyłącznie, do galwanicznego powlekania podłoża stosowanych jako materiałyłożyskowe.

W opisie patentu francuskiego nr 1 128 580, podano sposób galwanicznego powlekania indem podłoża, przy czym elektrolit zawiera związek indu i substancję stabilizującą kąpiel, na przykład kwas etylenodwuaminocteroctowy (E.D.T.A.) lub kwas nitrylotrójocowy (N.I.T.A.), dla zapobieżenia wytrącaniu się z kąpeli indu w postaci wodorotlenku indowego.

Przy stosowaniu takich kąpeli stwierdzono, że tylko wtedy zapobiega się wytrącaniu indu, gdy stosunek molowy N.I.T.A. do związku indu, wynosi 2:1 lub więcej, lecz przy takich proporcjach uzyskuje się małe wydajności katody, dopóki nie podwyższy się temperatury roboczej.

Istnieje możliwość obniżenia temperatury roboczej oraz zmniejszenia poniżej 2:1 stosunku molowego N.I.T.A. do indu wówczas, gdy elektrolit stabilizuje się dodatkiem kwasu winowego i pH reguluje się jak w przykładzie B cytowanego wyżej opisu. W tym przykładzie elektrolit zawiera 50 g/l tróchlorku indowego, 140 g/l N.I.T.A. i 60 g/l kwasu winowego a pH wynosi 7,0. W ten sposób temperaturę roboczą można obniżyć do 70°C.

2

Elektrolity takie, poza tym, że odznaczają się wadą, polegającą na stosowaniu stosunkowo wysokiej temperatury roboczej pociągającej za sobą straty na odparowanie i konieczność regulacji dostarczania ciepła, lecz również w pewnych okolicznościach dają niezadowalające powłoki. W przypadku, gdy powlekany przedmiot zawiera powierzchnie z wybraniemi, jak na przykład łożysko ślizgowe zawierające rowek olejowy, powłoka w obszarach wnęk ma ciemny wygląd, świadczący o niewystarczającym osadzeniu powłoki.

Wada ta jest właściwa dla szeregu kąpeli, w których przekracza się graniczną gęstość prądu. W przypadku przykładu B, w którym stosuje się względnie dużą gęstość prądu na krawędziach obszarów wnękowych, na przykład w rowkach olejowych, wywiązuje się wodór, w bezpośrednim sąsiedztwie wzrasta pH i roztwór staje się nietrwały. Z tego powodu bezużyteczny jest roztwór zawierający stosunek molowy N.I.T.A. do indu wynoszący mniej niż 2:1, lecz z dodatkiem kwasu winowego dla osiągnięcia stabilności kąpeli przy pH wynoszącym 7,0.

Celem wynalazku jest wytworzenie elektrolitu trwałego dla osadzenia indu, który można stosować w niskiej temperaturze roboczej.

Cel wynalazku osiągnięto przez opracowanie sposobu galwanicznego pokrywania indem podło-

za, polegającego na użyciu podłoża jako katody w ogniwie elektrolitycznym, w którym anodę stanowi ind, przy czym elektrolitem jest wodny roztwór związku indowego mający pH 3—11 i zawiera kwas nitrylotrójciowy w takiej proporcji, aby uzyskać stosunek molowy kwasu nitrylotrójciowego do związku indu wynoszący 2:1 lub więcej, oraz ma dodany kwas glikonowy, delta-glikonolakton lub sól kwasu glikonowego.

Przy użyciu kwasu glikonowego, delta-glikonolaktonu lub soli kwasu glikonowego nieoczekiwane można uzyskać duże wydajności katody, bez potrzeby zwiększenia temperatury roboczej powyżej temperatury pokojowej, to znaczy stosując temperaturę 20—30°C, stosunek molowy N.I.T.A. do związku indowego jest oczywiście utrzymywany zasadniczo przy wartości 2:1, to znaczy stosując 20—40 g/l tróchlorku indowego i 90—110 g/l N.I.T.A. Przy większym stosunku molowym N.I.T.A. do związku indowego, dla uzyskania większych wydajności katodowych konieczne jest utrzymanie wyższej temperatury.

Sposób według wynalazku posiada tę zaletę, że w temperaturze pokojowej osiąga się większą szybkość osadzania powłoki galwanicznej, wynoszącą do około 23 mg/A/min, to znaczy wydajność katody bliską 100%, przy użyciu stosunku molowego N.I.T.A. do związku indowego, wynoszącego 2:1.

Ponadto, za pomocą sposobu według wynalazku, można powlekać galwanicznie powierzchnie z wybraniemi, bez występowania wyżej wymienionych wad związanych z stosowaniem kwasu winowego.

Najlepsze jednak działanie elektrolitu jest wówczas, gdy stosunek molowy kwasu nitrylotrójciowego do związku indowego wynosi zasadniczo 2:1.

Roztwór wodny związku indowego najczęściej stanowi roztwór wodny chlorku indowego.

W sposobie według wynalazku, pH użytego elektrolitu wynosi korzystnie 9,5—10,5.

Elektrolit może również zawierać żelatynę. Wpływ żelatyny polega na zmniejszeniu zdolności równomiernego krycia, przy czym działanie to jest odwrotne do normalnego działania, którego można by oczekiwać. Zwykle dodatek żelatyny do elektrolitu powoduje wzrost polaryzacji katody, polepszając tym samym zdolność równomiernego krycia przedmiotów. Według sposobu stanowiącego przedmiot wynalazku, żelatynę dodaje się do elektrolitu w przypadkach, gdy jest wymagane zmniejszenie ilości indu osadzonego na częściach grzbietowych powlekanych przedmiotów.

W sposobie według wynalazku pH elektrolitu reguluje się dodawaniem wodorotlenku sodowego lub potasowego. Kwas nitrylotrójciowy lub delta-glikonolakton występuje wówczas w postaci ich soli sodowej lub potasowej.

Korzystnie stosuje się gęstość prądu 2,15—6,45 A/dcm². Stężenie kwasu glikonowego, delta-glikonolaktonu lub soli kwasu glikonowego korzystnie wynosi 40—60 g/l, w przeliczeniu na kwas glikonowy.

Stężenie żelatyny wynosi korzystnie 0,1—0,25 g/l.

Składniki oraz pH kąpeli są korzystnie jak wyżej opisane.

Sposób według wynalazku będzie bliżej objaśniony na przykładzie wykonania.

Przykład — 1 litr elektrolitu przygotowano w następujący sposób:

100 g kwasu nitrylotrójciowego (nita) dodano do około 500 ml wody (korzystnie dejonizowanej) do utworzenia papki. PH papki doprowadzono do około 9 przez dodanie mieszając, wodorotlenku sodu, następnie dodano 50 g glikonolaktonu do otrzymania klarownego roztworu.

Oddzielnie przygotowano stężony roztwór indu zawierający 500 g/l indu przez trawienie „granulek” indu metalicznego w kwasie solnym. „Granulki” zostały spreparowane przez stopienie indu metalicznego w kadzi odlewniczej i wlanie do wody. Uzyskuje się przyrost powierzchni, dający w ten sposób zwiększoną szybkość rozpuszczania indu w czasie trawienia kwasem solnym.

Następnie dodano powoli mieszając 60 ml roztworu indu do roztworu nita i całość rozcieńczono wodą do około 900 ml (korzystnie dejonizowaną), doprowadzając pH otrzymanego roztworu do 10,5 przez ponowne dodanie wodorotlenku sodu.

0,1 Żelatyny zalano małą ilością wody i gdy nastąpiło spęcznienie rozpuszczono przez łagodne ogrzewanie. Roztwór ten dodano do roztworu ind/nita i całość rozcieńczono wodą do 1 litra.

Tak przygotowany elektrolit umieszczono w naczyniu szklanym, zawierającym przedmiot pokrywany i elektrodę indową o powierzchni roboczej w przybliżeniu równej powierzchni przedmiotu. Zapewnia to na ogół stałą zawartość indu w elektrolicie podczas elektrolizy.

Procesy elektrolizy przeprowadzano stosując przedmioty pokrywane jako katody, w temperaturze około 25°C i przy gęstości prądu około 3 amp/dm². Prędkość osadzania się indu była około 21 mg/amp/min i otrzymano dobre pokrycie. Pokrycie indem było gładkie, białe i dobrze przylegające. Podobne pokrycie otrzymano stosując różne prędkości pokrywania. W tablicach I do III przedstawiono różnice w szybkościach pokrywania, w zależności od temperatury, pH i gęstości prądu.

Tabela I

Zmiany prędkości pokrywania indem w zależności od temperatury

Gęstość prądu na katodzie 3 amp/dm²

Temperatura °C	Prędkość w mg/amp/min
20	20,5
25	21,8
30	22,3
40	22,7
50	23,3
60	23,4

Tabela II

Zmiany prędkości pokrywaniem indem w zależności od wartości pH

Temperatura 40°C	Katodowa gęstość prądu 3 amp/dm ² Prędkość osadzania w mg/amp/min
pH	
4,8	8,0
6,9	13,3
8,8	18,7
9,8	22,7
10,2	23,2

Tabela III

Zmiany prędkości osadzania się indy w zależności od gęstości prądu

pH 9,8 Gęstość prądu amp/dm ²	Temperatura 40°C Prędkość osadzania w mg/amp/min
1,5	22,9
3,0	22,1
6,0	19,4
9,0	16,4
12,0	13,4

Na podstawie wyników podanych w tabelach należy stwierdzić, że sposób według wynalazku może być stosowany do pokrywania przedmiotów indem, przy czym uzyskuje się wysoką wydajność katodową i dobre pokrycia.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób galwanicznego pokrywania przedmiotów indem, **znamienny tym**, że przedmiot stosuje

się jako katodę w komorze elektrolitycznej, w której anodą jest ind, przy czym elektrolitem jest roztwór wodny indy o pH 3—11, zawierającym kwas nitrylotrójociowy w takiej ilości, aby mowy stosunek kwasu nitrylotrójociowego do związku indy wynosił 2:1 lub więcej, a także kwas glikonowy, delta-glikonolakton oraz sól kwasu glikonowego.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się stosunek kwasu nitrylotrójociowego do związku indy zasadniczo 2:1.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że jako wodny roztwór indy stosuje się wodny roztwór chlorku indy.

4. Sposób według zastrz. 1—3, **znamienny tym**, że pH elektrolitu utrzymuje się w granicach 9,5—10,5.

5. Sposób według zastrz. 1—4, **znamienny tym**, że pH roztworu reguluje się wodorotlenkiem sodu lub potasu.

6. Sposób według zastrz. 1—5, **znamienny tym**, że stosuje się elektrolit zawierający również żelatynę.

7. Sposób według zastrz. 1—6, **znamienny tym**, że pokrywanie prowadzi się stosując gęstość prądu katodowego 2—6 amp/dm².

8. Sposób według zastrz. 1—7, **znamienny tym**, że pokrywanie prowadzi się w temperaturze 20—30°C.

9. Sposób według zastrz. 1—8, **znamienny tym**, że stosuje się elektrolit zawierający 40—60 g/litr kwasu glikonowego, delta-glikonolaktonu lub soli kwasu glikonowego w przeliczeniu na kwas glikonowy.

10. Sposób według zastrz. 6—9, **znamienny tym**, że stosuje się elektrolit zawierający 0,1—0,25 g/litr. żelatyny.

11. Sposób według zastrz. 1—10, **znamienny tym**, że jako przedmiot pokrywany stosuje się łożysko ślizgowe.