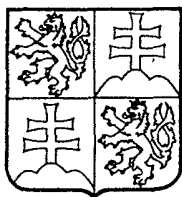


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

271 559

(21) PV 3048-87.A
(22) Přihlášeno 29 04 87

(40) Zveřejněno 13 10 89
(45) Vydáno 03 09 91

(11)

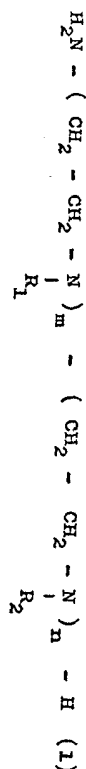
(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 25 D 3/12

(75) Autor vynálezu KÜHNL ZBYNĚK ing., PRAHA
NOVOTNÝ MILOŠ ing., ŘÍČANY
ZÁRUBA JIŘÍ, PRAHA

(54) Leskutvorná přísada do leskle niklovacích
lázní

(57) Leskutvorná přísada je složena z al-
kensulfonanů alkalických kovů, derivátů
aromatických sulfokyselin, vody a slou-
čenin obecného vzorce 1, kde znamenají
R₁, R₂ - H-, alifatický alkyl o počtu
uhlíků 1 až 18, benzyl, fenyl, pyridyl,
furyl, mono-, di- nebo tri-chlorfenyl,
mono-, di- nebo tri-hydroxifenyl, 1-naf-
tyl, 2-naftyl, m, n - celé číslo 1 až
100 a obsahuje vždy nejméně jednu látku
z uvedených skupin sloučenin. Má schop-
nost zajistit v leskle niklovacích láz-
ních vzhledem k obsahu derivátů aziridi-
nu, jež účinně potlačují polymeraci al-
kensulfonanů alkalických kovů, kvalitní
vyrovnávání vylučovaných povlaků. Sou-
časně vzhledem k nižšímu vývoji škodli-
vých organických látek prodlužuje inter-
val, po kterém je nutno provést čištění
lázně oxidačními činidly a aktivním
uhlím.

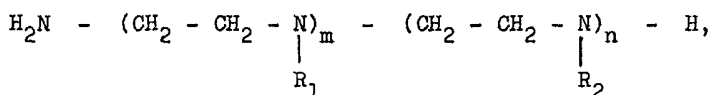


Vynález se týká leskutvorné přísady do leskle niklovacích lázní složených ze síranu nikelnatého, chloridu nikelnatého, kyseliny borité a organických sloučenin, vytvářejících lesk, např. alkinpolyolů, alkinsulfonanů alkalických kovů, substituovaných aminoacetylenů.

Průmyslově používané niklovací lázně, jež dosud dosáhly největšího rozšíření, jsou založeny na bázi vodných roztoků síranu nikelnatého, chloridu nikelnatého a kyseliny borité. Poměr těchto složek je přizpůsoben požadavkům na vylučovací rychlost a parametry povlaků. Pro získání lesklých povlaků se do základní lázně přidává řada organických látek, jež lze rozdělit do dvou tříd. Látky zařazené do 1. třídy jsou např. deriváty aromatických sulfokyselin - benzensulfonamid, o-benzoylsulfimid, které snižují vnitřní pnutí povlaků a podílejí se na tvorbě lesku v nízkých proudových hustotách. Dále jsou to alkensulfonany alkalických kovů - vinylsulfonan sodný, allylsulfonan sodný, které ovlivňují vyrovnaní povrchových mikronevlností podkladního materiálu, a tak přispívají k tvorbě lesku. Látky zařazené do 2. třídy vytvářejí vysoký lesk povlaků, ale současně výrazně zvyšují vnitřní pnutí. Jsou to např. alkinpolyoly - 2-butin-1,4-diol, 3-hexin-2,5-diol, alkinpolyoly ethoxylované do jednoho a více stupňů a řada dalších sloučenin. Technicky využitelné povlaky lze vylučovat pouze z lázní, kde jsou zastoupeny látky z obou uvedených tříd.

Nežádoucím jevem při provozu leskle niklovacích lázní je pozvolná polymerace alkensulfonanů provázená zánikem dvojné vazby, jež v malé míře probíhá již při skladování ve formě leskutvorných přísad za normální teploty a výrazněji při provozních teplotách lázní 50 až 70 °C. Po uplynutí intervalu, který lze charakterizovat průchodem proudu 200 až 300 A.h na 1000 ml lázně, může být zpolymerováno až 5 % hmot. z celkového množství alkensulfonanů. Tyto polymery se vzrůstající koncentrací částečně až zcela potlačí vyrovnávací účinnost alkensulfonanů. Z takto znečištěných lázní není možno vylučovat kvalitní, lesklé povlaky. Současně se zpolymerovaný podíl připojuje k rozkladným produktům ostatních složek lázně a negativně ovlivňuje další parametry povlaků, především vnitřní pnutí a tažnost. Odstraňuje se spolu s ostatními rozkladnými produkty čisticí operací, jež se skládá z oxidace a zachycení vzniklých látek na aktivním uhlí.

Popsané nedostatky jsou odstraněny řešením podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že do leskutvorné přísady složené z látek zařazených do 1. třídy, tj. alkensulfonanů alkalických kovů a amidů nebo imidů aromatických sulfokyselin, jsou přidány deriváty aziridinu. Leskutvorná přísada je složena z alkensulfonanů alkalických kovů - vinylsulfonanu sodného, allylsulfonanu sodného, 4-pentensulfonanu sodného, 1,3-butadien-1-sulfonanu sodného a amidů nebo imidů aromatických sulfokyselin - benzensulfonamidu, p-toluensulfonamidu, o-benzoylsulfimidu, bis-benzensulfonylimidu, vody a sloučenin obecného vzorce



kde znamenají R_1 , R_2 - H-, alifatický alkyl o počtu uhlíků 1 až 18, benzyl, fenyl, pyridyl, furyl, mono-, di- nebo tri-chlorfenyl, mono-, di- nebo tri-hydroxifenyl, 1-naftyl, 2-naftyl, m,n - celé číslo 1 až 100, a obsahuje vždy nejméně jednu látku z uvedených skupin sloučenin.

Bylo zjištěno, že tato leskutvorná přísada má schopnost zajistit v leskle niklovacích lázních kvalitní vyrovnávání vylučovaných povlaků. Vzhledem k obsahu derivátů aziridinu, které účinně potlačují polymeraci alkensulfonanů alkalických kovů, není vyrovnávací účinnost prakticky vůbec ovlivňována negativním působením polymeru. V souvislosti s nižším vývojem škodlivých organických látek se prodlužuje interval, po kterém je nutno

provést čištění niklovací lázně oxidačními činidly a aktivním uhlím.

Podrobné vysvětlení je podáno na následujících příkladech.

Příklad 1

Niklovací lázeň o složení 300 g síranu nikelnatého, 60 g chloridu nikelnatého, 40 g kyseliny borité, 0,08 g 2-butin-1,4-diolu, 0,02 g diethoxylovaného 2-butin-1,4-diolu a 15 g leskutvorné přísady podle vynálezu o složení 6,5 % hmot. allylsulfonanu sodného, 18 % hmot. o-benzoylsulfimidu, 0,5 % hmot. deriváty aziridinu, kde R_1, R_2 - H-, m - 60, n - 100, zbytek do 100 % hmot. voda, byla zatěžována průchodem elektrického proudu 240 A.h na 1 000 ml při teplotě 60 °C a pH 4,0. Úroveň vyrovnávání byla posuzována vizuálně na zkušebních panelech z Hullový cely, které byly pokoveny při proudu 2 A po dobu 10 minut a k jejichž přípravě bylo použito ocelového, pomosazeného plechu s rovnoměrně zdrsněným povrchem. Zkouška byla prováděna vždy po průchodu 20 A.h na 1 000 ml lázně. Současně bylo upravováno pH, složení lázně a doplňovány úbytky leskutvorné přísady. Po celou dobu zkoušky se na panelech vylučovaly vysoce lesklé, při testu ohybem panelu v místě vysoké proudové hustoty velmi dobře tažné povlaky.

Shodná zkouška byla provedena v niklovací lázni jako v předešlém případě, ale bez derivátů aziridinu v leskutvorné přísadě. Již po průchodu proudu 140 A.h na 1 000 ml pokleslo vyrovnávání v oblasti proudových hustot 100 až 250 A na m², po průchodu proudu 200 A.h na 1 000 ml došlo k poklesu vyrovnávání v celém oboru proudových hustot a při ohybu panelu výrazně poklesla tažnost. Po průchodu 240 A.h na 1 000 ml se vylučovaly pouze pololesklé povlaky s minimálním vyrovnáním a křehké.

Příklad 2

Niklovací lázeň jako v příkladu 1, do které bylo přidáno 15 g leskutvorné přísady podle vynálezu o složení 6,5 % hmot. allylsulfonanu sodného, 18 % hmot. o-benzoylsulfimidu, 0,08 % hmot. derivátu aziridinu, kde R_1, R_2 - H-, m - 60, n - 100 a 0,02 % hmot. derivátu aziridinu, kde R_1 - H-, R_2 - 6-ethyloktyl, n - 20, m - 60, zbytek do 100 % hmot. voda, byla zatěžována jako v příkladu 1. Po celou dobu zkoušky se na panelech vylučovaly vysoce lesklé, dobře tažné povlaky.

Příklad 3

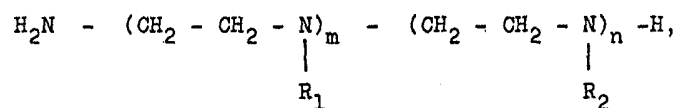
Niklovací lázeň jako v příkladu 1, do které bylo přidáno 15 g leskutvorné přísady podle vynálezu o složení 6,5 % hmot., allylsulfonanu sodného, 18 % hmot. o-benzoylsulfimidu, 0,08 % hmot. derivátu aziridinu, kde R_1, R_2 - H-, m - 60, n - 100, a 0,01 % hmot. derivátu aziridinu, kde R_1 - izopropyl, R_2 - pyridyl, m - 40, n - 5, zbytek do 100 % hmot. voda, byla zatěžována jako v příkladu 1. Po celou dobu zkoušky se na panelech vylučovaly vysoce lesklé, dobře tažné povlaky.

Vynález je možno využívat při galvanickém niklování výrobků v oblasti strojírenských a elektrotechnických podniků a výrobních družstev.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Leskutvorná přísada do leskle niklovacích lázní, složených ze síranu nikelnatého, chloridu nikelnatého, kyseliny borité a organických sloučenin vytvářejících lesk, obsahující alkensulfonany alkalických kovů a deriváty aromatických sulfokyselin, vyznačená tím, že se skládá z 5,0 až 30,0 % hmot. vinylsulfonanu sodného, allylsulfonanu sodného,

4-pentensulfonanu sodného, 1,3-butádian-1-sulfonanu sodného, 5,0 až 20,0 % hmot. benzensulfonamidu, p-toluensulfonamidu, o-benzoylsulfimidu, bis-benzensulfonylimidu, 40,0 až 90,0 % hmot. vody a dále obsahuje 0,01 až 0,5 % hmot. sloučenin obecného vzorce



kde znamenají R_1 , R_2 - H-, alifatický alkyl o počtu uhlíků 1 až 18, benzyl, fenyl pyridyl, furyl, mono-, di- nebo tri-chlorfenyl, mono-, di- nebo tri-hydroxifenyl, 1-naftyl, 2-naftyl, m, n - celé číslo 1 až 100, a obsahuje vždy nejméně jednu látku z uvedených skupin sloučenin.