

(21) Cerere de brevet nr: **107549**

(22) Data înregistrării: **17.05.1982**

(61) Complementară la invenția
brevet nr:

(45) Data publicării: **28.06.2002**

(86) Cerere internațională(PCT)
nr.: data:

(87) Publicarea cererii internaționale
nr.: data:

(89)

(51)Int.Cl.⁷: **C 09 K 3/14;**
B 24 D 3/10; C 25 D 3/12

(30) Prioritate:

(32) Data:

(33) Țara:

(31) Certificat nr.

(71) Solicitant: **MINISTERUL DE INTERNE, BUCUREȘTI, RO**

(73) Titular: **MINISTERUL DE INTERNE, BUCUREȘTI, RO**

(72) Inventator: **ILIE GHEORGHE, BUCUREȘTI, RO; JURCUȚ DORIN, BUCUREȘTI, RO;**
IORDACHE VASILE, BUCUREȘTI, RO

⁽⁵⁴⁾ **PROCEDEU DE METALIZARE A DIAMANTELOR
INDUSTRIALE**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de metalizare a diamantelor industriale, destinat acoperirii cu metale a cristalelor de diamante industriale, din diferite clase dimensionale. Procedeu conform invenției constă în pregătirea prealabilă a suprafeței de diamant, după care urmează operația de sensibilizare ce se realizează în una sau două faze, într-o soluție, cu compozițiile: 5...25 g/l clorură de staniu (SnCl_2), 0,01...3 g/l azotat de argint (AgNO_3), 0,01...0,05 g/l dietilthio- carbonat de argint ($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{AgNS}_2$), 0,01...0,1 g/l acetat de argint dizolvat în acid acetic 10...15 %, cu un $\text{pH}=0,5...2$, apoi operația de activare, ce se realizează în una sau două faze într-o soluție cu compoziția 0,03...1 g/l clorură de titan (TiCl_3), 0,02...1 g/l clorură de paladiu (PdCl_2), 0,01...0,3 g/l acetat de paladiu (Pd^{2+} 47%) cu un $\text{pH}=0,5...2$, urmează operația de metalizare chimică, în timpul căreia se realizează creșterea și controlarea gradului de accidentare

a suprafeței cristalelor, în vederea ancorării în liant rezinoidic, aceasta realizându-se într-o soluție cu compoziția 15...60 g/l sulfat de ($\text{NiSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$), clorură de staniu (SnCl_2), 0,01...0,5 g/l clorură de stibiu (SbCl_2), 1...15 g/l clorură de nichel (NiCl_2), 0,01...0,5 g/l clorură de paladiu și sodiu (Na_2PdCl_4), 18...61 g/l acid acetic, 0,0001...0,3 g/l thiouree, 0,01...0,8 g/l fluorură de sodiu (NaF), 0,01...0,02 g/l dimetil amino-boran, 0,01...1 g/l agent tensioactiv eter sulfat cu moleculă scurtă ($\text{C}_{12}\text{-C}_{16}$), la o temperatură de 90... 95°C și un $\text{pH}=\text{de } 3...6$, iar ultima operație, depunerea electrochimică, ce permite creșterea durității și accidentării suprafeței, se realizează într-o soluție cu compoziția 2000...325 g/l clorură de nichel (NiCl_2), 10...35 g/l sulfat de nichel (NiSO_4), 18...42 g/l acid boric, 0,01...1 g/l agent tensioactiv, eter sulfat cu moleculă scurtă ($\text{C}_{12}\text{-C}_{16}$), la o densitate de curent de 0,2...8 A/dm², și o temperatură de 25...60°C.

Invenția se referă la un procedeu de metalizare a diamantelor industriale, destinat acoperirii cu metale a cristalelor de diamante industriale din diferite clase dimensionale.

Scopul metalizării este ameliorarea menținerii cristalelor în corpul și pe suprafața sculelor, atât ca liant metallic, cât și ca rezinoid, ajutând totodată la disiparea căldurii degajate la suprafața sculei și, deci, la mărirea duratei de utilizare și la creșterea randamentului acesteia.

Se cunosc procedee de metalizare prin depunere în vid sau bombardarea cu ioni metalici. Procedeele de metalizare prin depunere în vid constau în acoperirea cristalelor de diamant cu un film subțire de metal Co, Ni, Ti etc., obținut prin descompunerea carboniților de metale respective într-o atmosferă controlată, cu temperaturi și presiuni sub limita de grafitizare a diamantului.

Viteza de formare a filmului de metal depinde de gradientul de temperatură între punctul de descompunere al compusului metallic și temperatura cristalelor de diamant.

Uniformitatea filmului metallic se obține prin imprimarea unor mișcări de vibrație și rotația cristalelor de diamant.

Procedeu de uniformizare prin bombardarea cu ioni metalici constă în realizarea filmului metallic pe suprafața cristalelor de diamant într-un câmp electrostatic.

Aceste două procedee de realizare a depunerii metalice pe cristalele de diamant au dezavantajul că solicită o aparatură complexă, consumuri de energie și materiale ridicate.

În același scop, mai este cunoscut și procedeu de depunere a nichelului pe diamante, prin depunerea electrochimică a metalului din soluții de sulfat și clorură de nichel, la densități de curent reduse: 1...2 A/dm².

Acest procedeu oferă numai posibilitatea depunerii electrochimice a nichelului, fără a se referi la operația de conductibilizare a suprafeței cristalelor. În plus, oferă randamente scăzute, lucrându-se la densități mici de curent (1 A/dm²) și fiind aplicabilă pentru cantități mici de diamant (8 g/l sol).

Procedeu conform invenției înlătură dezavantajele prezentate mai sus prin aceea că, după pregătirea prealabilă a suprafeței cristalelor de diamant, urmează operația de semnalizare, ce se realizează în una sau două fraze, într-o soluție cu compoziția: 5...25 g/l clorură de staniu (SnCl₂), 0,01...3 g/l azotat de argint (C₅H₁₀AgNS₂), 0,01...0,1 g/l acetat de argint dizolvat în acid acetic 10...15%, cu un pH de 0,5...2, apoi operația de activare, ce se realizează în una sau două faze, într-o soluție cu compoziția 0,03-1 g/l clorură de titan (TiCl₃), 0,02...1 g/l clorură de paladiu (PdCl₂), 0,01...0,3 g/l acetat de paladiu (pd²⁺ 47%), cu un pH de 0,5...2; urmează operația de metalizare chimică, în timpul căreia se realizează creșterea și controlarea gradului de aciditate a suprafeței cristalelor, în vederea ancorării în liant rezinoidic, aceasta realizându-se într-o soluție cu compoziția 15...60 g/l sulfat de nichel (NiSO₄ · 7H₂O), 0,01...1 g/l clorură de nichel (NiCl₂), 0,01...0,5 g/l clorură de paladiu și sodiu (Na₂ PdCl₄), 18...61 g/l acid acetic, 0,0001...0,03 g/l thiouree, 0,01...0,8 g/l fluorură de sodiu (NaF), 0,01...0,02 g/l dimetil amoniu-boran, 0,01...1 g/l agent tensioactiv eter sulfat cu moleculă scurtă (C₁₂-C₁₆) la temperatura de 90...95°C și un pH de 3...6; ultima operație, depunerea electrochimică, ce permite creșterea durității și accidentării suprafeței, se realizează într-o soluție cu compoziția 200...325 g/l clorură de nichel (NiCl₂), 10...35 g/l sulfat de nichel (NiSO₄), 18...42 g/l acid boric, 0,01...1 g/l agent tensioactiv eter sulfat cu moleculă scurtă (C₁₂-C₁₆), la o densitate de curent de 0,2...8 A/dm² și o temperatură de 25...60°C.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a procedurii, conform invenției.

Schema de principiu a fazelor procedurii este următoare:

A - pregătirea suprafeței în soluții de acizi concentrați, la temperatura de 70...110°C;

B - activarea suprafeței, în 1...3 etape, în soluții complexe, conținând ioni de Sn, Ti, Pd, la temperatura de 20...35°C;

C - conductibilizarea prin metalizare chimică, în soluții complexe, conținând ioni de nichel și cobalt (Co), la temperatura de 50...95°C și pH de 3,5...11;

D - creșterea controlată a stratului metalic, depus prin modificarea parametrilor, și adăugarea de microelemente activatoare, la temperatura de 70...90°C, pH de 5,5...8, agitare la viteză controlată între 20...110 rot/min;

E - completarea stratului prin depuneri electrochimice succesive a metalului în instalații rotative, în soluții conținând ioni metalici și elemente de depunere a stratului, cu proprietăți controlate privind duritatea și puritatea, cu pH de 2...5 și la temperatura de 25...60°C.

În continuare, se dă modul de realizare a metalizării diamantelor industriale, conform procedura.

Cristalele de diamant sortate sunt supuse unor tratamente de curățire a suprafeței, sub acțiunea unei surse generatoare de ultrasunete, în solvenți organici, care se tratează în soluții cu conținut ridicat de acizi concentrați, la temperaturi ridicate, timp de 30...60 min.

În continuare, după îndepărtarea soluțiilor acide de pe suprafața cristalelor, acestea sunt tratate în soluții alcaline cu conținut de fosfați 20...60%, în prezența unor agenți tensioactivi cu moleculă scurtă, sub agitare și încălzire (60...90°C), timp de 15...20 min.

Urmează o succesiune de operații pentru pregătirea, sensibilizarea și activarea suprafețelor cristalelor în următoarele soluții:

Sensibilizare și preactivare în următoarea soluție: 5...25 g/l clorură de sta-

niu (SnCl_2), 0,01...1 g/l azotat de argint (AgNO_3), 0,01...0,1 g/l acetat de argint dizolvat în acid acetic 10...15%, 0,01...0,05 g/l dietilthiocarbonat de argint ($\text{C}_2\text{H}_{10}\text{AgNS}_2$) cu un pH de 0,5...2.

Activare în următoarea soluție: 0,03...1 g/l clorură de titan (TiCl_3), 0,02...1 g/l clorură de paladiu (PdCl_2), 0,01...0,3 g/l acetat de paladiu (Pd^{2+} 47%) ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Pd}$) la o temperatură de 15...35°C și un pH de 0,5...2.

Pentru conductibilizarea suprafeței, se aplică nichelarea chimică în soluții de sulfat de nichel, și anume: 15...60 g/l sulfat de nichel ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), 0,01...0,1 g/l clorură de staniu (SnCl_2), 0,01...0,5 g/l clorură de stibiu (SbCl_3), 1...15 g/l clorură de nichel (NiCl_2), 0,01...0,5 g/l clorură de paladiu și sodiu (Na_2PdCl_4), 18...16 g/l acid acetic, 0,0001...0,3 g/l thiouree, 0,01...0,8 g/l fluorură de sodiu (NaF), 0,01...0,2 g/l dimetil amino-boran; 0,01...1 g/l agent tensioactiv eter sulfat cu moleculă scurtă ($\text{C}_{12}\text{-C}_{16}$), la o temperatură de 90...95°C și un pH de 3...6.

După nichelarea chimică, urmează nichelarea electrochimică, ce se efectuează în următoarea soluție: 200...325 g/l clorură de nichel ($\text{NiCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 10...35 g/l sulfat de nichel (NiSO_4), 18...42 g/l acid boric, 0,01...1 g/l agent tensioactiv eter sulfat cu moleculă scurtă ($\text{C}_{12}\text{-C}_{16}$), densitate de curent 0,2...8 A/dm², la o temperatură de 25...60°C.

Depunerile din soluția chimică și electrochimică conferă o aderență și duritate mărită stratului de metal al cristalelor de diamant.

Se obțin proprietăți controlate ale stratului depus, ca aderență, duritate, puritate.

Stratul metalic depus se analizează în etape, procesul de depunere fiind continuu.

Soluțiile și tehnica de lucru permit dozarea cu microelemente, ce reglează și mențin parametrii de lucru în domeniile optime, astfel încât depunerea să satisfacă, după cerințe, nevoile sculei.

Película depusă este puternic aderentă la suprafața cristalelor, compactă și acoperă în întregime masa de cristale.

Prin reglarea parametrilor de lucru cu ajutorul microelementelor, procesul poate fi condus spre o depunere accidentală, controlată, care să permită o creștere a suprafeței de ancorare a cristalelor în liantul sculei, în raport cu suprafața inițială a cristalului neacoperit.

Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- realizarea metalizării în instalații simple, cu investiții mici;
- consumuri scăzute de energie pentru realizarea procedeului;
- productivitate ridicată și consumuri optime de reactivi;
- nocivitate scăzută;
- cheltuielile de tratare a apelor reziduale reduse;
- calitate superioară a depunerii prin acoperirea în întregime a suprafeței, întreaga masă de cristale fiind complet acoperită;
- realizarea unei depuneri cu rugozitate și duritate controlată și cu aderență îmbunătățită;
- pierderi scăzute de diamant în timpul metalizării (sub 1% pe întregul ciclu de fabricație).

Revendicare

Procedeu de metalizare a diamantelor industriale, **caracterizat prin aceea că**, după pregătirea prealabilă a suprafeței cristalelor de diamant, urmează operația de sensibilizare, care se realizează în una sau două faze, într-o soluție cu compoziția

- 5...25 g/l clorură de staniu (SnCl_2), 0,01...3 g/l azotat de argint (AgNO_3), 0,01...0,05 g/l dietilthiocarbonat de argint ($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{AgNS}_2$), 0,01...0,1 g/l acetat de argint dizolvat în acid acetic 10...15% și cu un pH de 0,5...2, apoi operația de activare, ce se realizează în una sau două faze, într-o soluție cu compoziția 0,03...1 g/l clorură de titan (TiCl_3), 0,02...1 g/l clorură de paladiu (PdCl_2), 0,01...0,3 g/l acetat de paladiu (Pd^{2+} 47%), cu un pH de 0,5...2, urmează operația de metalizare chimică, în timpul căreia se realizează creșterea și controlarea gradului de accidentare a suprafeței cristalelor, în vederea ancorării în liant rezinoidic, acesta realizându-se într-o soluție cu compoziția: 15...60 g/l sulfat de nichel ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), 0,01...0,1 g/l clorură de staniu (SnCl_2), 0,01...0,5 g/l clorură de stibiu (SbCl_2), 1...15 g/l clorură de nichel (NiCl_2), 0,01...0,5 g/l clorură de paladiu și sodiu (Na_2PdCl_4), 18...61 g/l acid acetic, 0,0001...0,03 g/l thiouree, 0,01...0,8 g/l fluorură de sodiu (NaF), 0,01...0,02 g/l dimetil amino-boran, 0,01...1 g/l agent tensioactiv eter sulfat cu moleculă scurtă ($\text{C}_{12}\text{-C}_{16}$), la o temperatură de 90...95°C și un pH de 3...6, iar ultima operație, depunerea electrochimică, ce permite creșterea durității și accidentării suprafeței, se realizează într-o soluție cu compoziția: 200...325 g/l clorură de nichel (NiCl_2), 10...35 g/l sulfat de nichel (NiSO_4), 18...42 g/l acid boric, 0,01...1 g/l agent tensioactiv eter sulfat cu moleculă scurtă ($\text{C}_{12}\text{-C}_{16}$), la o densitate de curent de 0,2...8 A/dm² și o temperatură de 25...60°C.

(56) Referințe bibliografice:

Brevet Franța nr. 1522735

Președintele comisiei de invenții: **ing. Erhan Valeriu**

Examinator: **ing. Popescu Livia**

