



NORGE

(12) PATENT

(19) NO

(11) 320887

(13) B1

(51) Int Cl.

C25D 3/12 (2006.01)

C25D 3/56 (2006.01)

C25D 5/18 (2006.01)

Patentstyret

(21)	Søknadsnr	19975769	(86)	Int.inng.dag og søknadsnr	1996.06.20 PCT/DK96/00270
(22)	Inng.dag	1997.12.08	(85)	Videreføringsdag	1997.12.08
(24)	Løpedag	1996.06.20	(30)	Prioritet	1995.06.21, DK, 706/95
(41)	Alm.tilgj	1997.12.08			
(45)	Meddelt	2006.02.06			
(73)	Innehaver	Peter Torben Tang, Niels Finsens Allé 96, DK-2860 Søborg, DK Peter Torben Tang, H.P. Ørumsgade 1, DK-2100 København, DK Henrik Dylmer, Dag Hammerskjølds Allé 21, DK-2100 København, DE Per Møller, Kirkebakkegårdsvej 48, DK-3540 Lyngby, DK			
(72)	Oppfinner	Peter Torben Tang, Niels Finsens Allé 96, DK-2860 Søborg, DK Peter Torben Tang, H.P. Ørumsgade 1, DK-2100 København, DK Henrik Dylmer, Dag Hammerskjølds Allé 21, DK-2100 København, DE Per Møller, Kirkebakkegårdsvej 48, DK-3540 Lyngby, DK			
(74)	Fullmektig	Zacco Norway AS, Postboks 2003 Vik, 0125 OSLO, NO			
(54)	Benevnelse	Elektrolytisk beleggingsfremgangsmåte for dannelsen av pletteringer av nikkel, kobolt, nikkellegeringer eller koboltlegeringer			
(56)	Anførte publikasjoner	US 2 470 775, US 3 726 768			
(57)	Sammendrag				

Det er beskrevet en elektrolytisk beleggingsfremgangsmåte for dannelsen av pletteringer av nikkel, kobolt, nikkellegeringer eller koboltlegeringer i et elektroavsetningsbad av typen: Watt's bad, kloridbad eller en kombinasjon derav, ved å anvende pulsplettering med periodisk revers puls, og et sulfonert naftalenadditiv. Denne fremgangsmåten gjør det mulig å avsette nikkel, kobolt, nikkel- eller koboltlegeringer uten indre spenninger.

- Foreliggende oppfinnelse vedrører en elektrolytisk beleggingsfremgangsmåte for dannelse av pletteringer av nikkel, kobolt, nikkellegeringer eller koboltlegeringer i et elektroavsetningsbad av typen Watt's bad, kloridbad eller en kombinasjon derav ved å anvende pulsplettering med en periodisk revers puls. Strømtetthetsuavhengighet oppnås
- 5 ved hjelp av oppfinnelsen, hvorved det alltid oppnås lave indre spenninger, hvorved målingen derav gjøres på et spesielt element og ved en hvilken som helst strømtetthet som anvendes.

- De vanligste elektroavsetningsbadene for nikkel-elektroplettering er Watt's bad
- 10 inneholdende nikkelsulfat, nikkelklorid og vanligvis borsyre; kloridbad inneholdende nikkelklorid og borsyre, og sulfamatbad inneholdende nikkelsulfamat, nikkelklorid og vanligvis borsyre. De sistnevnte badene anvendes for mer kompliserte pletteringene og er vanskelige og relativt dyre i bruk.
- 15 Tilsvarende pletteringer av kobolt kan dannes i tilsvarende bad inneholdende kobolt-sulfat og koboltklorid i stedet for de tilsvarende nikkelsaltene. Ved å tilsette andre metallsalter oppnås pletteringer av nikkel- eller koboltlegeringer.

- Det er kjent å anvende en pulserende strøm, kfr. f.eks. W. Kleinekathöfer et al.,
- 20 Metalloberfl. 9 (1982), side 411-420, hvor pulsplettering anvendes ved å alternere mellom like perioder av likestrøm med en strømtetthet på 1 til 20 A/dm² og ikke-strømperioder, hvor pulsfrekvensen er fra 100 til 500 Hz. Ved å anvende en pulserende strøm, og som resultat av de individuelle strøimpulsene, oppnås en øket dannelse av krystallkim, derved oppnås en mer finkornet og hard plettering.

- 25 Det er videre kjent å anvende pulsplettering med periodisk reverspuls, det vil si alternerende mellom en katodisk og anodisk strøm. I den katodiske strømcyklusen oppnås den ønskede pletteringsdannelsen ved metallavsetning, mens en del av det avsatte nikkelet fjernes ved oppløsning i den anodiske strømcyklusen, eventuelle
- 30 noduler i pletteringen utglattes derved. For å sikre at resultatet er en oppbygning og ikke en oppløsning av pletteringen er det åpenbart at den anodiske belastningen må være mindre enn den katodiske belastningen. Denne fremgangsmåten er f.eks. beskrevet av Sun et al., Metal Finishing, mai 1979, side 33-38, hvorved den høyeste hårdhetsgraden i pletteringen oppnås ved et forhold mellom den katodiske og den anodiske
- 35 strømtettheten på 1:1 med anodiske cykler T_K på 60 millisekund, alternerende med anodiske cykler T_A på 20 millisekund.

US-patent nr. 2470775 (Jernstedt et al.) beskriver en fremgangsmåte for elektro-
plettering av nikkel, kobolt og legeringer derav i et elektroavsetningsbad inneholdende
klorider og sulfater av metallene. Pletteringen bevirkes ved hjelp av revers puls som
resulterer i et forbedret utseende (glatthet og maksimal lyshet) såvel som i en rask
5 avsetning. En anodisk strømtetthet anvendes av i det vesentlige samme område som den
katodiske strømtettheten. Forskjellige additiver nevnes i US-patentet, innbefattende
naftalen-1,5-disulfonsyre. Disse additivene refereres til som fordelaktige komponenter,
det gis imidlertid ingen retningslinjer i forbindelse med disse additivene eller forøvrig i
patentet vedrørende hvorledes de mekaniske indre spenningene reduseres i pletteringene
10 som oppstår ved den elektrolytiske beleggingen.

EP-patent nr. 0079642 (Veco Beheer B.V.) vedrører pulsplettering med nikkel i et
elektrolytisk bad av Watt's bad typen innbefattende butyndiol eller etylencyanohydrin
som lysner. Avsetningen utføres fortrinnsvis ved en pulserende strøm uten anodiske
15 sykler, men det er angitt at anodiske sykler, det vil si revers puls, også kan anvendes
med det samme resultatet. Det er imidlertid ikke mulig å anvende lange anodiske pulser
i et rent Watt's bad uten å passivere nikkellaget, hvorved eventuell videre avsetning
forhindres. Videre beskriver dette patentet at frekvensene anvendt er i område fra 100 til
10.000 Hz.

20 Ingen av de ovenfor nevnte publikasjonene vedrører indre spenninger i pletteringer. US-
patent nr. 3437568 vedrører en fremgangsmåte for å måle de indre spenningene i
elektrodannede deler, men gir ingen veiledning i forbindelse med hvorledes de indre
spenningene kan reduseres, og vedrører ikke pulsplettering, additiver eller spesielle
25 nikkelbad.

DE-patentpublikasjon nr. 2218967 beskriver et bad for elektroavsetning av nikkel, til
hvilket bad det tilsettes en relativ stor mengde sulfonert naftalen, så som fra 0,1 mol/l til
metning, slik at de indre spenningene reduseres i pletteringene påført ved elektrolytisk
30 belegging og med en likestrøm på f.eks. 30 eller 60 mA/cm², svarende til 3 til 6 A/dm².
Ifølge publikasjonen reduseres de indre spenningene bare fra det uønskede strekkspen-
ningsområdet til det kompressive spenningsområdet fra 0 til 26.000 psi (ca. 179 MPa)
ved å anvende dette badet.

35 Vanligvis resulterer anvendelsen av nevnte additiv bare i en reduksjon i spenningene i
område fra ca. 300 MPa strekkspenning til 100 MPa kompressiv spenning, og spen-
ningskurven beveges utelukkende nedover, men er fremdeles en funksjon av strøm-

tettheten, hvilket er en normal tilstand for en hvilken som helst type nikkelbad med eller uten additiver.

- Anvendelsen av store mengder additiv er imidlertid også omstendelig med flere ulemper, siden additivet er dyrt, har nedbrytende effekter på miljø og kan forårsake skade på badet.

- Følgelig kan en elektrolytisk beleggingsfremgangsmåte hvori de indre spenningene er uavhengig av strømtetthet, ikke avledes fra læren i DE-2218967. Når det elektro-
- 10 pletteres elementer av en enkel geometrisk form, finner det ofte sted relativt moderate variasjoner i strømtetthet over forskjellige arealer av overflaten av elementene. Det er imidlertid ikke mulig når det arbeides med mer kompliserte geometriske former, hvor fremgangsmåten ifølge DE-2218967 ikke kan anvendes i praksis.
- 15 Indre mekanisk spenning er et problem i alle nikkel- og koboltavsetninger, selv om fremgangsmåten kan kontrolleres tilfredsstillende i noen tilfeller (ved hjelp av dyre elektrolytter (sulfamatbad), temperaturkontroll, konsentrasjon osv.) når det arbeides med enkle geometriske former. De tidligere kjente fremgangsmåtene er imidlertid fullstendig uanvendelige for fremstillingen av verktøy for injeksjonsstøping, mikromekaniske
- 20 komponenter og lignende kompliserte geometriske former.

- Følgelig er det ønskelig å tilveiebringe en fremgangsmåte, hvorved nikkel, kobolt, nikkel- eller koboltlegeringer kan avsettes med vesentlig reduserte, eller fullstendig uten, indre spenninger - selv i kompliserte geometriske former. Det er også ønskelig at
- 25 dette resultatet oppnås uavhengig av strømtetthet anvendt for avsetningen.

- Foreliggende oppfinnelse vedrører en elektrolytisk beleggingsfremgangsmåte for dannelse av pletteringer av nikkel, kobolt, nikkellegeringer eller koboltlegeringer i et elektroavsetningsbad tilhørende typen av Watt's bad, kloridbad eller en kombinasjon
- 30 derav ved å anvende pulsplettering med periodisk revers puls, kjennetegnet ved at elektroavsetningsbadet inneholder sulfonert naftalen som et additiv og ved at en anodisk strømtetthet I_A med minst 1,5 ganger den katodiske strømtettheten I_K anvendes ved pulspletteringen.

- 35 Ved å anvende fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan indre spenninger som utgjør et alvorlig problem unngås ved fremstilling av nevnte pletteringer på geometriske former av en mer komplisert struktur.

Sulfamatbad er mer kompliserte (vanskelige eller dyrere å opprettholde), men anvendes generelt for å redusere spenningen i pletteringene. I et sulfamatbad er det imidlertid bare mulig å oppnå pletteringer med tilfredsstillende lave indre mekaniske spenninger i tilfelle med enkle geometriske former.

Selv om sulfamatbad også anvendes i mer kompliserte geometriske former, idet disse utgjør den hittil beste kjente løsningen, er resultatet ofte ikke optimalt på grunn av store indre spenninger i pletteringen, som f.eks. kan forårsake deformasjon eller sprekker.

Sulfamatbad kan ikke anvendes for periodisk revers pulsavsetning, idet svovellegerte anoder (2 % S) anvendes for å forhindre sulfamatet fra dekomponering i ammoniakk og svovelsyre (hvilket ødelegger badet). Dersom strømmen reverseres blir katoden, belagt med ikke-svovellegert nikkel eller kobolt, en anode og sulfamatet ødelagt.

Når det anvendes et Watt's bad, et kloridbad eller en kombinasjon derav, er det ikke mulig å oppnå pletteringer ved anvendelse av en likestrøm uten strekkspenninger. I sulfamatbad avhenger spenningen i pletteringen - fra kompressiv spenning via spenningsfri til strekkspenninger - av den katodiske strømtensiteten I_K . Følgelig kan det på enkle geometriske former oppnås spenningsfrie pletteringer ved hjelp av et sulfamatbad ved en spesifikk I_K som avhenger av temperaturen og kan være ca. 10 A/dm², men på mer kompliserte geometriske former er denne strømtensiteten I_K ikke jevnt fordelt på hele overflaten av elementet og forårsaker indre spenninger.

Anvendelsen av kombinasjonen ifølge oppfinnelsen har overraskende vist at de indre spenningene er meget små og uavhengige av den katodiske strømtensiteten I_K og følgelig av strømfordelingen på overflaten. Som et resultat oppnås lave indre spenninger uansett hvor på elementet den indre spenningen måles og uavhengig av de aktuelle lokale strømtetthetene.

På denne måten gjør oppfinnelsen det mulig å fremstille kompliserte geometriske former fullstendig uten, eller med betydelig reduserte, indre spenninger i pletteringen.

Som additiv i fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen anvendes sulfonert naftalen, det vil si naftalen sulfonert med fra 1 til 8 sulfonsyregrupper (-SO₃H), fortrinnsvis med 2 til 5 sulfonsyregrupper, mest foretrukket 2-4 sulfonsyregrupper. I praksis innbefatter et sulfonert naftalenprodukt vanligvis en blanding av sulfonerte naftalener med forskjellige

grader av sulfonering, det vil si antallet sulfonsyregrupper pr. naftalenrest. Videre kan flere isomere forbindelser være til stede for hver sulfoneringsgrad.

- Typisk har det anvendte sulfonerte naftalensulfonidet en sulfoneringsgrad i gjennomsnitt
5 tilsvarende fra 2 til 4,5 sulfonsyregrupper pr. molekyl, f.eks. 2,5 til 3,5 sulfonsyregrupper pr. molekyl.

- I den på det nåværende tidspunkt foretrukne utførelsesformen av oppfinnelsen anvendes en blanding av sulfonerte naftalener som sulfonert naftalenadditiv, hvor blandingen
10 ifølge analyse inneholder ca. 90 % naftalentrissulfonsyre, fortrinnsvis innbefattende naftalen-1,3,6-trissulfonsyre og naftalen-1,3,7-trissulfonsyre.

- Naftalenresten i det sulfonerte naftalenadditivet er vanligvis fri for andre substituenten enn sulfonsyregrupper. Eventuelle andre substituenten kan imidlertid være til stede,
15 forutsatt at de ikke er nedbrytende i forhold til den fordelaktige effekten av det sulfonerte naftalenadditivet på minimaliseringen av de indre spenningene i pletteringen dannet ved å anvende pulsplettering.

- I en spesielt foretrukket utførelsesform ifølge oppfinnelsen anvendes det sulfonerte naftalenadditivet i det elektrolytiske beleggingsbadet i en mengde på 0,1 til 10 g/l, mer foretrukket i en mengde på 0,2 til 7,0 g/l, og mest foretrukket i en mengde på 1,0 til 4,0 g/l, f.eks. rundt 3,1 g/l.
20

- Videre inneholder, ifølge oppfinnelsen, badsammensetningen fortrinnsvis 10-500 g/l
25 NiCl_2 , 0-500 g/l NiSO_4 og 10-100 g/l H_3BO_3 , mer foretrukket 100-400 g/l NiCl_2 , 0-300 g/l NiSO_4 og 30-50 g/l H_3BO_3 , og fortrinnsvis 200-350 g/l NiCl_2 , 25-175 g/l NiSO_4 og 35-45 g/l H_3BO_3 , f.eks. ca. 300 g/l NiCl_2 , 50 g/l NiSO_4 og 40 g/l H_3BO_3 .

- Det har vist seg fordelaktig at den anodiske strømtettheten I_A er minst 1,5 ganger den katodiske strømtettheten I_K , mer foretrukket når I_A varierer fra 1,5 til 5,0 ganger I_K og mest foretrukket når I_A er 2 til 3 ganger I_K .
30

- I en foretrukket utførelsesform kan fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kjennetegnes ved at den pulserende strømmen utgjøres av katodiske cykler, hver av en varighet T_K på
35 fra 2,5 til 2000 millisekunder og ved en katodisk strømtetthet I_K på 0,1 til 16 A/dm² alternerende med anodiske cykler, hver av en varighet på fra 0,5 til 80 millisekunder og ved en anodisk strømtetthet I_A på 0,15 til 80 A/dm². En mer foretrukket utførelsesform

ifølge oppfinnelsen oppnås når blant pulsparametrene I_K varierer fra 2 til 8 A/dm², T_K varierer fra 30 til 200 millisekunder, I_A varierer fra 4 til 24 A/dm² og T_A varierer fra 10 til 40 millisekunder. En spesielt foretrukket utførelsesform oppnås når I_K er fra 3 til 6 A/dm², T_K er fra 50 til 150 millisekunder, I_A er fra 7 til 17 A/dm² og T_A er fra 15 til 30 millisekunder, f.eks. når I_K er 4 A/dm² og T_A er fra 15 til 30 millisekunder, f.eks. når I_K er 4 A/dm², T_K er 100 millisekunder, I_A er 10 A/dm² og T_A er 20 millisekunder.

EKSEMPLER

10

Eksempel 1

Det ble blandet et nikkelbad inneholdende 300 g/l $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ og 50 g/l $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, til hvilket bad det ble tilsatt 40 g/l H_3BO_3 og 3,1 g/l sulfonert naftalenadditiv av teknisk kvalitet innbefattende 90 % naftalen-1,3,6/7-trisulfonsyre.

Nikkel ble avsatt på et stålbånd fiksert i et dilatometer slik at de indre spenningene i det avsatte nikkelet kan måles som en kontraksjon eller en dilatering av stålbåndet. Temperaturen av badet var 50°C. Når nikkel ble avsatt fra nevnte bad ved en pulserende strøm med en katodisk puls på 100 millisekunder og 3,5 A/dm² etterfulgt av en anodisk puls på 20 millisekund og 8,75 A/dm², ble de indre spenningene målt til å være 0 MPa eller mindre enn nøyaktighetsgraden for apparaturen på ca. ± 10 MPa.

25

Eksempel 2

Ved å følge fremgangsmåten i eksempel 1, med det unntak at bare 1,1 g/l av det samme sulfonerte naftalenadditivet ble anvendt ble det oppnådd samme resultat som i eksempel 1, det vil si de indre spenningene ble målt til 0 MPa eller lavere enn nøyaktighetsgraden for apparaturen på ca. ± 10 MPa.

30

Eksempel 3

Ved å følge fremgangsmåten ifølge eksempel 2, med det unntaket den anodiske strømtettheten I_A og den katodiske strømtettheten I_K ble innstilt ved henholdsvis 1,25 A/dm² og 0,5 A/dm², ble det oppnådd samme resultat som i eksempel 1, det vil si at de indre spenningene ble målt til 0 MPa eller lavere enn nøyaktighetsgraden for apparaturen på ca. ± 10 MPa.

Eksempel 4

- Ved å følge fremgangsmåten ifølge eksempel 3, med det unntak at den anodiske strømtettheten I_A og den katodiske strømtettheten I_K ble innstilt på henholdsvis 18,75 A/dm² og 7,5 A/dm², ble det samme resultatet som i eksempel 1 oppnådd, det vil si at de indre spenningene ble målt til 0 MPa eller lavere enn nøyaktighetsgraden for apparaturen på ca. ± 10 MPa.

10 Eksempel 5

- Ved å anvende fremgangsmåten ifølge eksempel 1, hvori nikkelbadet inneholdende 300 g/l NiCl₂ · 6H₂O og 50 g/l NiSO₄ · 6H₂O erstattes med 300 g/l CoCl₂ · 6H₂O og 50 g/l CoSO₄ · 6H₂O og den samme mengden H₃BO₃ og sulfonert naftalenadditiv, kan det fremstilles tilsvarende koboltpletteringer som ventes å ha tilsvarende lave indre spenninger.

Eksempel 6

- 20 Ved å følge fremgangsmåten ifølge eksempel 5, med det unntak at det ble anvendt 1,1 g/l sulfonert naftalenadditiv, kan det ventes tilsvarende spenningsfrie koboltpletteringer.

Eksempel 7

- 25 Ved å anvende fremgangsmåten ifølge eksempel 6, med det unntaket at den anodiske strømtettheten I_A og den katodiske strømtettheten I_K ble innstilt ved henholdsvis 1,25 A/dm² og 0,5 A/dm², kan det ventes tilsvarende spenningsfrie koboltpletteringer.

Eksempel 8

- 30 Ved å følge fremgangsmåten ifølge eksempel 7, med det unntak at den anodiske strømtettheten I_A og den katodiske strømtettheten I_K ble innstilt ved henholdsvis 18,75 A/dm² og 7,5 A/dm² kan det ventes tilsvarende spenningsfrie koboltpletteringer.

SAMMENLIGNINGSEKSEMPLER**Sammenligningseksempel 1**

- 5 Ved å anvende samme oppsett og materialer som i eksempel 1, men ved en likestrøm på 4 A/dm^2 ble de indre spenningene for sammenligning med nevnte eksempel målt til 377 MPa.

Sammenligningseksempel 2

10

Ved å anvende samme oppsett og materialer som i eksempel 2, men ved å anvende en likestrøm på $7,5 \text{ A/dm}^2$ ble de indre spenningene målt til 490 MPa.

Sammenligningseksempel 3

15

Ved å anvende samme oppsett og materialer som i eksempel 2, men ved isteden å anvende en pulserende strøm uten revers puls ($I_K = 3,5 \text{ A/dm}^2$, $T_K = 100$ millisekunder, $I_A = 0 \text{ A/dm}^2$, $T_A = 20$ millisekunder), ble de indre spenningene målt til 410 MPa.

P a t e n t k r a v

1.
Elektrolytisk beleggingsfremgangsmåte for dannelse av pletteringer av nikkel, kobolt,
5 nikkellegeringer eller koboltlegeringer i et elektroavsetningsbad tilhørende typen av Watt's bad, kloridbad eller en kombinasjon derav ved å anvende pulsplettering med periodisk revers puls, k a r a k t e r i s e r t v e d at elektroavsetningsbadet inneholder sulfonert naftalen som et additiv og ved at en anodisk strømtetthet I_A ved minst 1,5 ganger den katodiske strømtettheten I_K anvendes ved
10 pulspletteringen.
2.
Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d anvendelsen av et sulfonert naftalenadditiv i form av sulfonert naftalen som har en
15 gjennomsnittlig sulfoneringsgrad på 1 til 6 sulfonsyregrupper pr. naftalenrest.
3.
Fremgangsmåte ifølge krav 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at det sulfonerte naftalenadditivet har en gjennomsnittlig sulfoneringsgrad på 2 til 5
20 sulfonsyregrupper pr. naftalenrest.
4.
Fremgangsmåte ifølge krav 1 for dannelsen av nikkelpletteringer, k a r a k -
t e r i s e r t v e d at badsammensetningen innbefatter 10 til 500 g/l
25 NiCl_2 , 0-500 g/l NiSO_4 og 10-100 g/l H_3BO_3 , fortrinnsvis 100-400 g/l NiCl_2 , 0-300 g/l NiSO_4 og 30-50 g/l H_3BO_3 , spesielt foretrukket 200-350 g/l NiCl_2 , 25-175 g/l NiSO_4 og 35-45 g/l H_3BO_3 .
5.
30 Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at den anodiske strømtettheten I_A er fra 1,5 til 5 ganger I_K , fortrinnsvis 2 til 3 ganger I_K .
6.
Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at den
35 pulserende strømmen utgjøres av katodiske cykler, hver av en varighet T_K på fra 2,5 til 2000 millisekunder ved en pulserende eller uniform katodisk strømtetthet I_K på 0,1-16

A/dm² alternerende med anodiske cykler, hver av en varighet T_A på fra 0,5 til 80 millisekunder ved en anodisk strømtetthet I_A på 0,15-80 A/dm².

7.

- 5 Fremgangsmåte ifølge krav 6, k a r a k t e r i s e r t v e d at den pulserende strømmen utgjøres av katodiske cykler, hver av en varighet T_K på fra 30 til 200 millisekunder ved en katodisk strømtetthet I_K på 2-8 A/dm² alternerende med anodiske cykler, hver av en varighet T_A på fra 10 til 40 millisekunder ved en anodisk strømtetthet I_A på 5-20 A/dm².

10

8.

Fremgangsmåte ifølge krav 7, k a r a k t e r i s e r t v e d at pulsparametrene I_K , T_K , I_A , T_A er henholdsvis 4 A/dm², 100 millisekunder, 10 A/dm² og 20 millisekunder.

15

9.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at additivet anvendes i en mengde på 0,1 til 10 g/l, fortrinnsvis 0,2 til 7,0 g/l, og spesielt 1 til 4 g/l.

20