



(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2010 00848**

(22) Data de depozit: **17.09.2010**

(41) Data publicării cererii:  
**30.03.2012** BOPI nr. **3/2012**

(71) Solicitant:  
• UNIVERSITATEA "ȘTEFAN CEL MARE"  
DIN SUCEAVA, STR.UNIVERSITĂȚII NR.13,  
SUCEAVA, SV, RO

(72) Inventatori:  
• VASILACHE VIOLETA,  
BD. GAVRIL TUDORAȘ NR.22, BL.C4,  
SC.A, AP.7, SUCEAVA, SV, RO;

• SANDU ANDREI-VICTOR,  
ALEEA T.NECULAI NR.37, BL.959, SC.C,  
ET.2, AP.10, IAȘI, IS, RO;  
• FILOTE CONSTANTIN,  
STR.GEORGE ENESCU NR. 12,  
BL. BELVEDERE, SC. D, AP. 17, SUCEAVA,  
SV, RO;  
• SANDU ION, STR.SF.PETRU MOVILĂ  
NR.3, BL.L11, SC.A, ET.3, AP.3, IAȘI, IS, RO

(54) **PROCEDEU DE ELECTRODEPUNERE UNIFORMĂ ȘI  
LUCIOASĂ A NICHELULUI PE SUPORT DE CUPRU**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de electrodepunere uniformă și lucioasă a nichelului pe suport de cupru sau de fier cuprat, în prezența polivinilpirolidonei ca agent activ de suprafață, utilizat în industria constructoare de mașini. Procedeu conform invenției este caracterizat prin aceea că, pentru obținerea unor pelicule pasivizate subțiri, compacte și uniforme, utilizând băile de tip Watts, folosește soluții acide pe bază de  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  -

240 g/L și  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  - 45 g/L, utilizând, ca sistem tampon, acidul boric - 30 g/L, și ca agent activ de suprafață, polivinilpirolidona - 5 g/L, domeniul temperaturilor de lucru fiind cuprins între 50...65°C, iar cel al densităților de curent între 300...500 mA.

Revendicări: 2



21

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2010 00848
Data depozit ..1.7.-09-2010....

## Procedeu de electrodepunere uniformă și lucioasă a nichelului pe suport de cupru

### PROCEDEU DE ELECTRODEPUNERE UNIFORMĂ ȘI LUCIOASĂ A NICHELULUI PE SUPORT DE CUPRU

Invenția se referă la un procedeu de electrodepunere uniformă și lucioasă a nichelului pe suport de cupru sau fier cuprat, în prezența polivinilpirolidonei și zaharinei sodice ca agent activ de suprafață, utilizat în industria constructoare de mașini.

Se cunoaște un procedeu de electrodepunere a nichelului lucios pe suporturi de aliaje de cupru sau fier cuprat, care utilizează ca agent activ de luciu 4g/L zaharina, alături de 1 ml/L Na vinsulfonat sau Na alilsulfonat (25%) și 1g/L butiren-dioletoxilat în amestec cu derivați de piridină [RO 103250 (A2)/1991] sau alte soluții ce utilizează zaharina ca agent activ de suprafață [CN 101570870 (A)/2009, CN 1327088 (A)/2001], care au dezavantajul unei compoziții complexe în agenți activi de suprafață, dintre care unii cu toxicitate ridicată și foarte scumpi. .

*Marilac*  
*Ep*  
*Stolici*  
*Stolici*

Se cunoaște, de asemenea, un procedeu de electrodepunere a zincului lucios pe suporturi din aliaje de cupru, fier cuprat, alte materiale neferoase sau materiale polimerice dielectrice [Patent GB1394637 (A)/1975.05.21], care utilizează drept agenți de suprafață, cu rol de surfactant, pilivinilpirolidona în concentrații cuprinse între 1,00 și 25,00 g/L, ca atare sau în amestec cu alți aditivi tensioactivi, de tipul polietilen- sau polipropilenglicol, piridină, chinolină, izochinolină sau acridină în concentrații de 0,001-4,00 g/L, la temperaturi de lucru cuprinse între 10 și 60°C, pH = 1,00 -10,00 densitatea de curent de 0,5 – 5,0 A/dm<sup>2</sup>, timp de electrodepunere de 0,5 -120 min, pentru filme de 0,25 – 25 microni obținute în băi de depunere Barrel, în prezența sistemului tampon acid citric – hidroxid de amoniu – clorură de amoniu.

Acest procedeu are dezavantajul utilizării unei încărcături mari de agenți cu rol de surfactanți și a unui sistem tampon complex, cu variațiile de concentrație, spre limitele de epuizare, greu de monitorizat.

De asemenea, pentru îmbunătățirea calității apelor uzate, provenite din soluțiile epuizate și cele de spălare, prin eliminarea procedeelor de electrodepunere în băile pe bază de ioni cian, se folosesc procedeele pe bază de pirofosfați alcalini alături de sărurile solubile de nichel [Patente

GB19730044715/1973.09.24, RO114646 (B1) - 1999-06-30 și US19720293659/1972.09.26], care au dezavantajul obținerii unor pelicule rugoase, slab lucioase și depozite relativ neuniforme, cu formarea de precipitate ce pot colmata sistemele de filtrare, necesitând intreruperea procesului pentru intervenții de schimbare a filtrelor.

Se cunosc și alte procedee libere de ioni cian, pe bază de soluții slab acide sau slab alcaline sau neutre [Patente GB1597568 (A) /1981-09-09, GB1543548 (A)/1979-04-04, GB1484227 (A)/1977-09-01, AU7394874 (A)/1976-04-08] care conțin mari cantități de agenți de luciu, substanțe tampon și agenți de complexare, cu scopul de a stabiliza pH-ul și de a solubiliza ionii de nichel, ce implică densități de curent foarte mari, pentru un domeniu de pH cuprins între 4,00 și 8,00, dar care nu permit realizarea de pelicule lucioase, mai ales pe suprafețe complexe sau pentru policromii ornamentale.

Procedeul de electrodepunere uniformă și lucioasă a nichelului pe suport de cupru sau fier cuprat, caracterizat prin aceea că, în vederea obținerii de pelicule pasivante subțiri, compacte și uniforme, utilizând băile de tip Watts, folosește soluții apoase acide pe bază de  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  - 240 g/L și  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  - 45 g/L, ca sistem tampon acidul boric - 30 g/L și ca agent activ de suprafață polivinilpirolidona - 3 g/L și zaharină - 2 g/L, în domeniul temperaturilor de lucru 50-65°C și al densităților de curent cuprinse între 300 - 500 mA.

Prin aplicare acest procedeu aduce o serie de avantaje:

- folosește sistemul acid cu un singur tampon și un agent surfactant, compatibil cu sărurile solubile de  $\text{Ni}^{2+}$  și care prezintă sinergie înaltă în procesul de electrodepunere;
- permite controlul riguros al concentrațiilor în componenții chimici;
- o aderență bună la substrat, peliculele fiind uniforme și compacte, având dimensiuni uniforme ale cristalitelor, de ordin submicronic (sub 25  $\mu\text{m}$ );
- soluțiile epuizate și apele de spălare sunt ușor de neutralizat;
- se obțin pelicule pasivante, cu mare putere de protecție climatică și mecanică, dar și ornamentală.

În continuare se prezintă **un exemplu** de realizare a invenției.

Pentru prepararea unui litru de soluție apoasă acidă s-a folosit următoarea compoziție:

$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  - 240 g;

$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  - 45 g;

1.7-09-2010

$H_3BO_3$  - 30 g;

Polivinilpirolidonă - 3 g;

Zaharină sodică - 2 g;

Apă distilată - 780g.

Această soluție se introduce într-o baie tip Watts.

Montajul experimental cu care s-au realizat depuneile de nichel este alcătuit dintr-un potențostat-galvanostat prevăzut cu un soft specializat în prelucrarea datelor, o celulă de electroliză termostată, agitator magnetic și termometru pentru controlul temperaturii. S-a lucrat la diferite temperaturi cuprinse între 50-65°C. S-a folosit un electrod de referință, electrodul de calomel, iar contraelectrodul a fost confecționat din nichel electrolitic de puritate ridicată.

În prealabil piesele din fier cuprat sau din aliaje de cupru sunt curățate prin decapare într-o soluție acidă cu următoarea compoziție, 500 gL<sup>-1</sup> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%, 500 gL<sup>-1</sup> NH<sub>4</sub>OH și 5gL<sup>-1</sup> NaCl la temperatura de 25°C, timp de 5 minute. Piesele sunt spălate cu apă distilată și apoi cântărite.

Electrodepunerea s-a realizat la tensiunea de 750...1100 mV și un curent variind între 300 și 500 mA, timp de 8...10 minute, în funcție de mărimea pieselor, la o temperatură de lucru cuprinsă între 50 și 65°C. După depunere piesele nichelate sunt spălate cu apă distilată și apoi uscate.

*Coș  
Titol  
Jes*

## REVENDICĂRI

1. Procedeu de electrodepunere uniformă și lucioasă a nichelului pe suport de cupru, caracterizat prin aceea că, în vederea obținerii de pelicule pasivante subțiri, compacte și uniforme, utilizând băile de tip Watts, folosește o soluție apoasă acidă cu următoarea compoziție:  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  - 240 g/L și  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  - 45 g/L, având ca sistem tampon  $\text{H}_3\text{BO}_3$  - 30 g/L și ca agent activ de suprafață polivinilpirolidona - 3 g/L și zaharină sodică 2 g/L ,
2. Procedeu de electrodepunere uniformă și lucioasă a nichelului pe suport de cupru, conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că, pentru o electrodepunere compactă și uniformă într-o baie de tip Watts, se utilizează o tensiune cuprinsă între 750 și 1100 mV și un curent variind între 300 și 500 mA, timp de 8...10 minute, în funcție de mărimea pieselor, la o temperatură de lucru cuprinsă între 50 și 65°C, iar după depunere piesele nichelate sunt spălate cu apă distilată și uscate.

