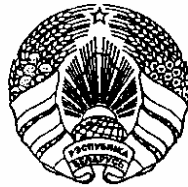


ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 7107

(13) С1

(46) 2005.06.30

(51)⁷ С 25D 15/00

(54)

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

(21) Номер заявки: а 20010358

(22) 2001.04.17

(43) 2002.12.30

(71) Заявитель: Учреждение образования
"Витебский государственный техно-
логический университет" (ВУ)

(72) Авторы: Клименков Степан Степа-
нович; Груздев Дмитрий Александр-
ович; Новиков Александр Кузьмич
(ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение обра-
зования "Витебский государственный
технологический университет" (ВУ)

(56) RU 2138583 С1, 1999.

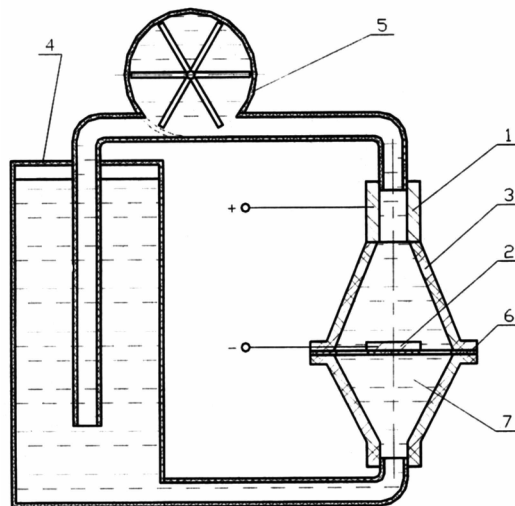
Сайфуллин Р.С. Композиционные по-
крытия и материалы. М.: Химия, 1977. -
С. 242-243.

EP 0909839 A1, 1999.

SU 1723206 A1, 1992.

(57)

Способ получения композиционных электрохимических покрытий, включающий обезжиривание, травление заготовки и двухстадийное электрохимическое осаждение металлической матрицы с включением дисперсных частиц, **отличающийся** тем, что на первой стадии проводят седиментационное осаждение дисперсных частиц с одновременным зарастиванием частиц слоем металла-матрицы для их закрепления, а на второй стадии проводят ускоренное зарастивание осажденных частиц металлом-матрицей путем прокачивания электролита-суспензии со скоростью 25-50 мм/с при повышении плотности тока до 25-100 А/дм².



Фиг. 1

ВУ 7107 С1 2005.06.30

BY 7107 C1 2005.06.30

Изобретение относится к электрохимии, в частности к способам осаждения композиционных покрытий из электролитов-суспензий.

Известен, принятый за прототип, способ получения композиционных электрохимических покрытий [1]. Способ заключается в прокачивании через межэлектродное пространство суспензии, содержащей частицы дисперсной фазы определенного размера. Скорость прокачки электролита-суспензии изменяют циклически так, что в каждом цикле за скоростью, способствующей механической активации катодной поверхности частицами дисперсной фазы, следует скорость, способствующая зарастанию частиц покрытием. Недостатком прототипа является ограничение по диапазону размеров дисперсной фазы, включаемой в покрытие, поскольку каждой скорости прокачки электролита-суспензии соответствует определенный размер частиц, оседающих на поверхности изделия.

Обычно применяемые при осаждении композиционных электрохимических покрытий (КЭП) порошковые частицы имеют размер 5-60 мкм. Для их одновременного включения в покрытие применяют седиментационный метод осаждения КЭП [2], заключающийся в выделении композиционных электрохимических покрытий из густых суспензий с высоким (до 60-70 %) содержанием дисперсной фазы при горизонтальном расположении катода, на поверхность которого седиментируют макрочастицы вещества. Были получены КЭП с матрицей из никеля с содержанием макрочастиц Al_2O_3 на горизонтально расположенном катоде, нижняя сторона которого была изолирована лаком.

Для того чтобы обеспечить встречу частицы с катодом (и растущим покрытием), необходимо их в достаточном количестве подвести к нему с определенной скоростью. Скорость оседания частиц можно оценить формулой Стокса, которая имеет вид:

$$V_{\text{ч}} = \frac{gd(\rho_{\text{n}} - \rho_{\text{ж}})}{18\eta},$$

η - вязкость жидкости (электролита), Па · с;

g - ускорение свободного падения, м/с²;

ρ_{n} - пикнометрическая плотность порошка кг/м³;

$\rho_{\text{ж}}$ - плотность жидкости (электролита), кг/м³;

d - диаметр частицы, м.

Теоретические расчеты и практика показывают, что скорость оседания дисперсных частиц значительно больше скорости осаждения многих электролитических покрытий. Следовательно, по истечении определенного времени, дисперсные частицы, не успевшие зарости металлом-матрицей, покроют тонким слоем поверхность катода. Таким образом, при седиментационном способе получения композиционного электрохимического покрытия, имеет место экранирование поверхности катода, происходящее тем больше, чем менее электропроводна частица. Данное обстоятельство существенно снижает скорость процесса получения покрытия, вплоть до его полного прекращения.

Ускорить процесс образования покрытия можно, уменьшая толщину прикатодного (диффузионного) слоя, обедненного ионами осаждаемого металла. При прокачивании электролита-суспензии фронтально к катоду частицы оказывают воздействие на характер протекающих на электродах процессов и качество поверхности кристаллизуемого металла. Их воздействие препятствует образованию экранирующего слоя, а также приводит к механическому снятию пассивирующих пленок (ослабляется поляризация). Движущиеся твердые частицы очищают поверхность от адсорбированных пузырьков газа и механических загрязнений. Пассивирующие пленки обладают защитной способностью против истирания абразивом, но при малых скоростях движения. Существует значение критической скорости, при которой скорость разрушения пленки равна скорости ее образования, при более высоких скоростях движения наступает депассивация. Однако при высоких скоростях движения электролита-суспензии частицы не задерживаются на поверхности катода и не успевают зарости металлом-матрицей, что приводит к получению покрытий с низким содержанием дисперсной фазы.

ВУ 7107 С1 2005.06.30

Таким образом, при совместном осаждении металлов с частицами различной электропроводности действуют два противоположно направленных фактора: с одной стороны, депассивация поверхности за счет абразивных частиц, счищающих поверхность катода от пассивных пленок, окислов, газов, которая увеличивает их активную поверхность; с другой стороны, экранирование поверхности катода, происходящее тем больше, чем менее электропроводна частица.

Технической задачей, на решение которой направлено изобретение, является получение композиционных электрохимических покрытий с высоким содержанием дисперсной фазы, а также интенсификация процесса осаждения композиционного покрытия.

Указанная техническая задача решается за счет того, что процесс осаждения композиционного покрытия является двухстадийным: на первой стадии проводят седиментационное осаждение дисперсных частиц с одновременным наращиванием частиц слоем металла-матрицы для их закрепления, а на второй стадии проводят ускоренное наращивание осажденных частиц металлом-матрицей путем прокачивания электролита-суспензии со скоростью 25...50 мм/с при повышении плотности тока до 25...100 А/дм².

Принципиальная схема реализации способа изображена на фиг. 1.

На фиг. 1 обозначены анод 1, катод (заготовка) 2, гальваническая ванна 3, бак 4, насос 5, диафрагма 6, электролит-суспензия 7.

Схема наращивания частиц металлом-матрицей показана на фиг. 2.

На фиг. 2 обозначены слой предварительного закрепления металла-матрицы I, слой скоростного наращивания металла-матрицы II, частицы III.

Способ осуществляется следующим образом.

Заготовка 2, на которую планируется нанести композиционное покрытие, подвергается предварительной обработке, состоящей из химического обезжиривания, промывки и травления. Заготовку помещают на диафрагму 6 и закрепляют в закрытой гальванической ванне 3. Ванна заполняется электролитом-суспензией 7. Процесс осаждения композиционного покрытия состоит из двух циклически повторяющихся стадий. Первая стадия заключается в седиментационном осаждении (условия электролиза - стандартные), при котором происходит наращивание частицы металлом-матрицей на слой I, необходимый для ее удержания. Вторая стадия заключается в ускоренном осаждении металла-матрицы на слой II, толщиной в линейный размер частицы III путем прокачивания электролита-суспензии со скоростью 25...50 мм/с при повышении плотности тока до 25...100 А/дм².

Прокачивание электролита-суспензии позволяет смыть частицы, экранирующие поверхность катода, а также повысить плотность тока, а следовательно интенсифицировать процесс осаждения. Кроме того, движущиеся частицы оказывают благоприятное влияние на поверхность осаждаемого слоя, улучшая тем самым качество поверхности. Прокачивание электролита-суспензии осуществляется при помощи насоса 5.

Пример: получение композиционного покрытия на основе никеля с включениями дисперсных частиц Al₂O₃.

Заготовка, на которую планируется нанести композиционное покрытие, подвергается предварительной обработке, состоящей из химического обезжиривания, промывки и травления. Обезжиривание проводят методом погружения в раствор следующего состава, г/л:

натрий едкий	20-40
сода кальцинированная	5-15
тринатрийфосфат	5-15
клей силикатный	10-30.

Продолжительность обезжиривания - 6 мин при температуре t = 60-70 °С. После обезжиривания заготовку промывают в горячей воде и подвергают травлению в растворе соляной кислоты 250-300 г/л до удаления окислов в течение 10-15 мин. Промывку протравленной заготовки осуществляют в воде, рН = 5,5.

ВУ 7107 С1 2005.06.30

После проведения предварительной обработки заготовку помещают горизонтально на диафрагму в гальваническую ванну с электролитом следующего состава, г/л:

никель сернокислый ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	180
никель хлористый ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	40;
кислота борная H_3BO_3	30.

В электролит добавляется мелкодисперсный порошок Al_2O_3 с гранулометрическим составом 5...10 мкм, распределенных по всему объему раствора. Концентрация порошка в электролите составляет 150...200 г/л. рН-электролита 5,2-5,5. Температура $t = 35-55$ °С. Плотность тока 0,5-1,2 А/дм².

Частицы седиментируют на поверхность катода и зарастаются металлом-матрицей. Время седиментационной стадии составляет 2...7 мин.

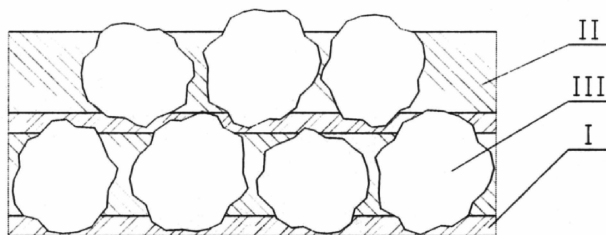
Вторая стадия составляет 10...15 мин. За это время частица полностью зарастается металлом-матрицей. Стадии ускоренного зарастивания дисперсных частиц металлом-матрицей осуществляются путем прокачивания электролита-суспензии со скоростью 25...50 мм/с. Прокачивание электролита-суспензии позволяет повысить плотность тока до 25...100 А/дм².

Анализ макроструктуры полученного композиционного материала показал равномерность распределения керамических частиц в матрице, а также отсутствие пор и трещин, что свидетельствует о низкой напряженности композиционного материала. Вследствие равномерной структуры полученного материала его прочность в 1,5 раза выше, чем у отожженного никеля, и составляет 1000-1100 МПа.

Предлагаемый способ позволил увеличить скорость образования КЭП в 1,3-1,5 раза.

Источники информации:

1. RU 2138583 С1, 1999.
2. Сайфулин Р.С. Композиционные покрытия и материалы. М.: Химия, 1977. - С. 242-243.



Фиг. 2