Ü/216

Kudrjavcev, N.T., Cupak, T.E.,

Šinkareva, G.Ja., Lukašova, L.S.,

Mechtiev, M.A.

ÜBER DIE VERWENDUNG VON NICKELAZETAT ALS PUFFERSUBSTANZ IN NICKELBÄDERN

Übersetzung aus:

Trudy. Moskovskij chimiko-technologičeskij institut im. Mendeleeva. Moskva, 95 (1977) "Novejšie dostiženija v oblasti élektrochimičeskoj obrabotki poverchnosti metallov", S. 50 - 53. УДК 621.357.7:669.248:669.24'712

Russ.: **О ПРИМЕНЕНИИ АЦЕТАТА НИКЕЛЯ В КАЧЕСТВЕ БУФЕРНОЙ ДОБАВКИ В ЭЛЕКТРОЛИТЕ НИКЕЛИРОВАНИЯ**

O primenenii acetata nikelja v kačestve bufernoj dobavki v élektrolite nikelirovanija

"Geprüft wird die Pufferwirkung von Nickelazetat im Bereiche von 0,07–0,35 Grammäquivalent vor allem, um den Einfluß auf die inneren Spannungen der Nickelschichten festzustellen. Das Pufferungsbereich des Nickelazetates liegt bei pH =3-4. Die anwendbare Stromdichte erhöht sich mit steigendem Azetatgehalt, allerdings erniedrigt sich dabei die Stromausbeute. Ähnlich ist es mit der Mikrohärte, nach Erreichen eines bestimmten maximalen Wertes tritt bei weiterem Azetatzusatz Pittingbildung ein, die durch Netzmittelzusatz unterdrückt werden muß. Gut sind die Werte für die inneren Spannungen, die über einen größeren Schichtdickebereich (0,5 bis 25 μm) unverändert bleiben. Aufgrund der Untersuchungen wird folgender Elektrolyt zur Abscheidung spannungsfreier oder -armer Nickelüberzüge vorgeschlagen (g/l): 245 Nickelsulfat; 30 Nickelchlorid; 26 bis 44 Nikkelazetat; 0,05 Natriumlaurysulfat. Der ph-Wert soll sich zwischen 2,0 und 3,5 bewegen, die Temperatur beträgt 50°, die anwendbare Stromdichte 1 bis 15 A/dm². Die Stromausbeute unter diesen Bedingungen ist 75 bis 95 %. –ek–

Es existieren Literaturangaben [1, 2] über die Verwendung von Nickelazetat als Puffersubstanz in Nickelbädern.

Mit dieser Arbeit wurde beabsichtigt, die Eigenschaften von Nickelschichten aus nickelazetathaltigen Bädern zu untersuchen.

Übersetzungsstelle
der Universitätsbibliothek Stuttgart

Untersuchungsmethode. Untersucht wurden Bäder mit Nickelsulfat (rein ohne Kobalt) 245 g/l, Nickelchlorid (analysenrein) 30 g/l und mit Nickelazetat (chemisch rein) von 8,8 bis 44,2 g/l (entsprechend 0,07 bis 0,35 Gramm-Äqu./l), als Puffersubstanz. Der pH-Wert wurde durch Zugabe von Nickelkarbonat eingestellt.

Die Puffereigenschaften der Lösungen wurden bei 50°C durch potentiometrische Titration mit einem LPU-01-Potentiometer bestimmt. Das Elektrolytvolumen betrug 0,1 l. Die Titration wurde mit einer 4,92 n. NaOH-Lösung durchgeführt.

In den Versuchen zur elektrolytischen Nickelabscheidung wurden rechteckige Elektrolysezellen verwendet; das Elektrolytvolumen betrug 0,2 l. Als Anoden diente elektrolytisches Nickel, als Kathoden Platten aus Kupfer- oder Stahlfolie (Abmessungen 0,2 x 0,2 dm).

Die Stromausbeute des Nickels wurde durch Wägen bestimmt; dabei wurde ein Kupfercoulombmeter verwendet.

Das Langzeitverhalten des Elektrolyten wurde wie in Arbeit [3] untersucht.

Die Eigenspannungen in den Nickelschichten wurden mit einer "weichen Kathode" gemessen, die Mikrohärte mit Hilfe des Geräts PMT-3 mit 200 g Last.

Versuchsergebnisse. Untersucht wurden die Puffereigenschaften von Nickelbädern mit unterschiedlichem Nickelazetatgehalt; berechnet wurde die Größe der Pufferkapazität (Tab. 1)

Wie aus Tab. 1 hervorgeht, wird die Pufferkapazität mit zunehmender Nickelazetatskonzentration größer; bei einer Konzentration von 44,2 g/l

ist sie mit der Pufferkapazität eines Nickelbades mit Bernsteinsäure als Puffersubstanz vergleichbar. Die höchsten Puffereigenschaften hat Nickelazetat bei einem Nickelbad im pH-Wertbereich 3 - 4.

Tabelle 1

Pufferkapazität der Nickelbäder bei 50° C

Nickelazetat-konzentration, g/l	Pufferkapazität, Gramm-Äqu./l, in folgenden pH-Bereichen		
	2—3	3—4	4—5
8,8 (0,07 n.)	0,0443	0,0345	0,0296
26,5 (0,21 n.)	0,0678	0,108	0,0541
44,2 (0,35 n.)	0,0787	0,167	0,0885

Die Ergebnisse der Untersuchung über den Einfluß der Nickelazetatkonzentration und des pH-Werts des Elektrolyten auf die Stromausbeute des Nickels sind in Tab. 2 dargestellt.

Tabelle 2

Einfluß der Nickelazetatkonzentration und des pH-Werts auf die Stromausbeute des Nickels bei 50° C

Nickel-azetat-konz., g/l	pH-Wert	Stromausbeute in % bei einer Kathodenstromdichte, A/dm², von			
		2	5	7	10
8,8	5,4	96,6	—	—	—
26,5		96,0	—	—	—
44,2		95,4	—	—	—
8,8	4,5	94,0	—	—	—
26,5		93,4	95,3	—	—
44,2		92,7	95,0	—	—
8,8	3,5	91,4	92,5	—	—
26,5		88,8	90,1	90,6	88,9
44,2		85,9	88,0	88,5	88,7
8,8	2,5	88,3	89,6	—	—
26,5		83,9	86,0	87,1	87,5
44,2		79,6	82,0	84,0	85,0
8,8	2,0	85,3	88,2	88,0	—
26,5		80,6	85,8	86,2	86,9
44,2		74,5	81,2	82,0	82,7

Mit zunehmender Konzentration (siehe Tab. 2) des Nickelazetats und zunehmender Azidität des Elektrolyten nehmen die zulässigen Kathodenstromdichten zu, die Stromausbeute des Nickels aber ab. Niederschläge, die in Bädern mit Nickelazetat als Puffersubstanz gewonnen wurden, sind hellgrau, matt und weisen Pittingbildung auf. Mit zunehmender Kathodenstromdichte nimmt die Pittingbildung ab. Die Zugabe von 0,05 g/l Natriumlaurylsulfat in den Elektrolyten verhindert praktisch die Pittingbildung.

Die Ergebnisse der Untersuchung über die Mikrohärte der Nickelniederschläge sind in Tab. 3 angegeben. Die Mikrohärte der Niederschläge, die bei 0,05 g/l Natriumlaurylsulfat, einem pH-Wert von 2,5 und bei 50°C gewonnen wurden, hat bei einer Kathodenstromdichte von 2 A/dm^2 den größten Wert und hängt nicht von der Konzentration der Puffersubstanz ab.

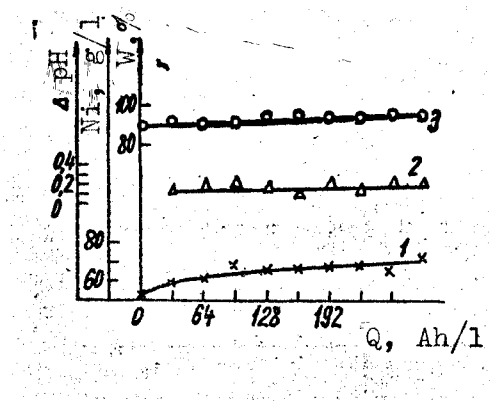
Tabelle 3

Einfluß der Kathodenstromdichte auf die Mikrohärte der Nickelniederschläge

Nickelazetatkonz., g/l	Mikrohärte, kp/mm^2, bei einer Kathodenstromdichte, A/dm^2, von			
	2	5	7	10
26,5	192,3	150,9	154,3	158,1
44,2	189,4	147,4	155,5	159,5

Die Eigenspannungen wurden in Elektrolyten mit unterschiedlicher Nickelazetatskonzentration bei einem pH-Wert von 3,5 und 50°C untersucht. In allen Fällen treten in den Nickelniederschlägen Eigenspannungen in der Größenordnung von 7 500 - 9 200 N/mm^2 auf. Bei gleicher Kathodenstromdichte, nämlich 5 A/dm^2, nehmen die Eigenspannungen bei niedrigerer Konzentration der Puffersubstanz ab. Mit zunehmender Dicke des Nickelkathodenniederschlags nehmen die Eigenspannungen ab, wobei die stärkste Veränderung bis zu einer Dicke des Niederschlags von 5 µm

beobachtet wird. Bei einer Dicke des Kathodenniederschlags von 10 - 20 µm ändert sich der Wert der Eigenspannungen praktisch nicht. Bei zunehmendem pH-Wert des Elektrolyten nehmen die Eigenspannungen in den Nickelniederschlägen etwas zu.



Einfluß der Elektrolytbelastung im Elektrolyten mit Nickelazetat als Puffersubstanz bei 50° C, 10 A/dm^2 Kathodenstromdichte und einem pH-Wert von 3,5 auf den Nickelgehalt im Elektrolyten, g/l, siehe Kurve 1; Veränderung des ΔpH-Wertes - Kurve 2; Stromausbeute des Nickels, % - Kurve 3.

Im Langzeitverhalten (300 Ah/l) eines Elektrolyten mit 44,2 g/l (0,35 n.) Nickelazetat bei einem pH-Wert von 3,5, 50°C und einer Kathodenstromdichte von 10 A/dm^2 zeigte sich (Abbildung), daß die Nickelkonzentration im Elektrolyten von 59 auf 71,6 g/l im Elektrolyten zunimmt und die Azidität in 1 Ah/l um 0,04 - 0,05 pH abnimmt. Die Stromausbeute des Nickels ändert sich sehr wenig: sie steigt von 90 auf 95 %.

Aufgrund der Untersuchungen wird ein Elektrolyt mit folgender Zusammensetzung vorgeschlagen (g/l): 245 Nickelsulfat, 30 Nickelchlorid, 26 - 44 Nickelazetat, 0,05 Natriumlaurylsulfat, mit einem pH-Wert von 2,0 - 3,5. Die Temperatur des Elektrolyten beträgt 50°C, die Kathodenstromdichte 2 - 15 A/dm^2. Die Stromausbeute des Nickels ist unter diesen Bedingungen 75 - 95 %.

SCHLUSSFOLGERUNGEN

1. Es wurde festgestellt, daß Nickelazetat einem Nickelbad, dessen pH-Wert sich während der Elektrolyse kaum ändert, hohe Puffereigenschaften verleiht.

2. Nickelniederschläge weisen Eigenspannungen in der Größe von 7 500 - 9 200 N/mm^2 auf, die sich bei einer Dicke von mehr als 5 µm kaum verändern.

3. Vorgeschlagen wurde eine Zusammensetzung des Nickelbades, mit der man Nickelabscheidungen mit geringen Spannungen bei hohen Stromdichten (bis 15 A/dm^2) und bei 50°C gewinnen kann.

Literatur

1. Пат. США № 2114006, кл. 204—49.
Patent SŠA. Nr 24114006, kl 204-49.
Waite, Virgil H.: Electrodeposition of Metals.
United States Patent Office. Nr 2,114,006. Application August 5, 1936, Serial Nr. 94,437, class 204-14.

2. Gluck, Vera: Buffering Action of Nickel Acetate in a Watts Nickel Bath.
In: Metal Finishing. Westwood, N.Y., 72 (1974), Nr 5, S. 96 - 98.

3. Цупак Т. Е., Лукашова Л. С., Мехтиев М. А. и др. Тр. Моск. хим.-технол. ин-та им. Д. И. Менделеева. «Новейшие достижения в области электрохимической обработки поверхности металлов», 1977, вып. 95, с. 47—50.
Cupak, T.E., Lukašova, L.S., Mechtiev, M.A., Dachov, V.N., Kudrjavcev, N.T.: O stabil'nosti ėlektrolitov nikelirovanija s različnymi bufernymi dobavkami.
In: Trudy. Moskovskij chimiko-technologičeskij institut im. D.I. Mendeleeva. Moskva, 95 (1977) "Novejšie dostiženija v oblasti ėlektrochimičeskoj obrabotki poverchnosti metallov", S. 47 - 50.
⟨Über das Langzeitverhalten von Nickelbädern mit verschiedenen Puffersubstanzen; russ.⟩

Stuttgart, den 22. Februar 1980

Übersetzt von

Ottmar Pertschi

(Ottmar Pertschi)
Dipl.-Übersetzer

Übersetzungsstelle
der Universitätsbibliothek Stuttgart