



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГНТ СССР

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4275396/31-02

(22) 06.07.87

(46) 15.02.89. Бюл. № 6

(71) Белорусское республиканское научно-производственное объединение порошковой металлургии и Белорусский политехнический институт

(72) В.М.Капцевич, В.К.Шелег,

А.В.Щебров, М.А.Замах и В.Н.Яглов

(53) 621.357.67 (088.8)

(56) Заявка Великобритании № 1593510, кл. С 25 D 5/34, опублик. 1981.

Заявка Японии № 57-174484, кл. С 25 D 1/02, опублик. 1982.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРИСТОГО ЯЧЕИСТОГО МАТЕРИАЛА

(57) Изобретение относится к получению пористых изделий гальваническим способом и может быть использовано для изготовления пористых материалов

большой толщины с регулируемой толщиной металлического каркаса по объему. Цель изобретения - регулирование толщины покрытия по объему пористого материала. Способ получения пористого ячеистого материала включает нанесение на пористую ячеистую форму из органического материала электропроводного слоя с удельным электросопротивлением, равным 2,0 - 5,0 удельного электросопротивления электролита, электрохимическое осаждение металлического покрытия из указанного электролита при плотности тока, равной 0,8-0,9 предельной плотности тока, и термообработку. Изобретение позволяет получить пористый ячеистый металлический материал толщиной 30-50 мм с равномерной или регулируемой толщиной стенок каркаса. 1 ил., 2 табл.

1

Изобретение относится к получению пористых изделий гальваническим способом и может быть использовано для изготовления пористых материалов большой толщины с регулируемой толщиной металлического каркаса по объему.

Цель изобретения - регулирование толщины покрытия по объему пористого материала.

Способ получения пористого ячеистого материала включает нанесение на пористую форму из органического материала электропроводного слоя с удельным электросопротивлением, равным 2,0-5,0 от удельного сопротивления электролита, электрохимическое

2

осаждение металлического покрытия из указанного электролита при плотности тока, равной 0,8-0,9 предельной плотности тока, и термообработку.

На чертеже приведена схема электрохимического осаждения.

В качестве органического ячеистого материала, представляющего собой трехмерный каркас из переплетающихся перемычек, используют пенопласты, например пенополиуретаны, из которого вырезают исходную форму. Придание электропроводности исходной форме осуществляют известными способами, например осаждением из газовой фазы, нанесением электропроводной су-

(19) **SU** (11) **1458439** **A1**

пензии и другими. Причем электропроводное покрытие наносят так, чтобы его удельное электрическое сопротивление  $\rho_c$  было в 2,0-5,0 раз больше, чем удельное электросопротивление электролита  $\rho_3$ . Заданное соотношение сопротивлений материала и электролита обеспечивает создание максимума потенциала у токоэлектрода в начальный период электрохимического осаждения металлического покрытия. Уменьшение соотношения  $\rho_c/\rho_3$  за указанный предел приводит к перераспределению потенциала по толщине и расположению максимума потенциала между токоэлектродом и поверхностью материала или на поверхности, что является нежелательным ввиду сложности регулирования процесса в этом случае. Увеличение соотношения  $\rho_3/\rho_c$  за указанный предел приводит к очень большому сопротивлению исходной формы, а следовательно, и к возрастанию величины контактного сопротивления между токоэлектродом и материалом, что не дает возможности распространяться электрохимическому осаждению вглубь материала.

Электрохимическое осаждение металлического покрытия осуществляют при плотности тока  $j = (0,8 - 0,9)j_{\text{пред}}$ , причем для того, чтобы плотность тока в процессе осаждения соответствовала указанному соотношению, первоначально значение тока устанавливают равным

$$i_1 = j_{\text{пред}} S_T,$$

где  $j_{\text{пред}}$  - предельная плотность тока для определенного электролита и осаждаемого металла, определенная экспериментально;

$S_T$  - площадь токоэлектрода, затем ее повышают до значения

$$i_2 = j_{\text{пред}} (S_T + S_1),$$

где  $S_1$  - площадь пористого материала, на которую должно распространиться осаждение в следующий момент.

Далее значение тока опять повышают до

$$i_3 = j_{\text{пред}} (S_T + S_1 + S_2),$$

где  $S_2$  - площадь пористого материала, на которую должно распространиться далее осаждение и т.д.

В конце электрохимического осаждения значение тока определяется из соотношения

$$i = (S_T + S),$$

где  $S$  - общая площадь покрываемого пористого материала

$$S = S_1 + S_2 + \dots + S_n$$

Скорость повышения тока зависит от того, какую толщину покрытия желательно получить на каждом конкретном участке пористого материала.

Уменьшение плотности тока за указанный предел приводит к тому, что электрохимическое осаждение металла перестанет распространяться и захватывать новые области пористого материала.

Увеличение плотности тока за указанный предел приведет к тому, что она станет равной предельной плотности тока, начнется бурное выделение водорода на катоде, что приведет к ухудшению качества металлического покрытия.

После электрохимического осаждения покрытия полученный материал термообработывают в восстановительной атмосфере для удаления органической подложки.

**Пример 1.** В качестве органического ячеистого материала использовали пенополиуретан со средним размером ячейки 3 мм, из которого вырезали исходные формы размером 50x50x50 мм. Придание электропроводности осуществляли суспензионным методом. Для этого исходные формы пропитывали суспензиями на основе графитового порошка, а затем сушили. В результате на пенополиуретановую подложку осел электропроводный слой, обладающий различным удельным электролитическим сопротивлением 10; 24; 40; 60 и 70 Ом.см.

Электрохимическое осаждение медного покрытия осуществляли из электролита следующего состава, г/л:  $\text{CuSO}_4$  250;  $\text{H}_2\text{SO}_4$  50;  $\text{Os}$  0,5.

Удельное электрическое сопротивление электролита составляло 12 Ом.см. Соотношение сопротивлений исходной формы и электролита представлены в табл.1.

Площадь токоэлектрода составляла 0,25 дм<sup>2</sup>, площадь поверхности всего образца составляла 6,15 дм<sup>2</sup>.

Предельная плотность тока при осаждении медного покрытия на пенополиуретан с размером ячейки 3 мм составляет 2,3 А/дм<sup>2</sup>.

Полученные материалы термообрабатывали при  $t = 850^{\circ}\text{C}$  в течение 2 ч в восстановительной атмосфере.

Значение тока в процессе осаждения повышали непрерывно через 0,2 А с интервалом 1 мин с целью получить равномерное покрытие по толщине образцов (см. табл.1).

В результате на исходную пенополиуретановую форму осело медное покрытие. Равномерность толщины покрытия определяли по коэффициенту вариации, равному отношению среднеквадратичного отклонения толщины покрытия по толщине образца к ее среднему значению.

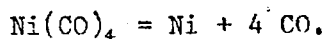
Свойства полученных материалов представлены в таблице 1. Из таблицы видно, что материалы 2 - 4, имеющие  $\rho_c / \rho_3 = 2,0-5,0$  и получаемые при плотностях тока, равных (0,8 - 0,9)  $j_{\text{пред}}$ , имеют высокую равномерность покрытия по толщине образца. У образца 1, имеющего  $\rho_c / \rho_3 < 2,0$  и полученного при  $j < 0,8 j_{\text{пред}}$ , покрытие осело у токоотвода и в близлежащих к нему слоях, на всю поверхность материала процесс осаждения не распространился. Материал 5, у которого  $\rho_c / \rho_3 > 5,0$  и полученный при  $j > 0,9 j_{\text{пред}}$ , имеет низкую среднюю толщину покрытия и плохое его качество (пористость, рыхлость) вследствие выделения ионов водорода в процессе осаждения.

Полученные медные материалы термообработывались при  $t = 850^{\circ}\text{C}$  в течение 2 ч в восстановительной атмосфере.

По сравнению с известными материалами, полученные по предлагаемому способу, имеют равномерность покрытия на 60% выше.

**Пример 2.** В качестве органического ячеистого материала использовали пенополиуретан со средним размером ячейки 1,25 мм, размером 30x30x30, из которого вырезали исходные формы. Придание электропроводности осуществляли осаждением из газовой фазы, для чего через пористые образцы пропускали газообразный карбонил никеля, который термически

разлагали в порах материала по формуле



В результате на исходную форму осел слой никеля, обладающий сопротивлением 90 Ом.см.

Электрохимическое осаждение никелевого покрытия осуществляли из электролита следующего состава, г/л: NiSO<sub>4</sub> 200; NiCl 50; H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 30; сахарин 0,2; бутиндиол 0,12; фталимид 0,12.

Удельное электрическое сопротивление электролита составляло 30,0 Ом.см. Таким образом, соотношение сопротивлений твердой и жидкой фаз составляло 3,0.

Предельная плотность тока при осаждении никелевого покрытия на пенополиуретан с размером ячейки 1,25 мм составляет 1,1 А/дм<sup>2</sup>.

Площадь токоотвода составляла 0,09 дм<sup>2</sup>, площадь поверхности всего образца 4,59 дм<sup>2</sup>.

Электрохимическое осаждение никелевого покрытия осуществляли по различным режимам, сведения о которых приведены в табл.2. Ток повышали непрерывно через 0,1 А, через 2 мин от минимального значения до значения, равного половине максимально рассчитанного тока, выдерживали при этом токе 15 мин, а затем ток непрерывно повышали до максимального значения. Такой режим был задан с целью получить в середине образца максимальную толщину покрытия.

Материалы 2 и 3, полученные по предлагаемому режимам, имеют среднюю толщину покрытия 22 мкм с максимумом толщины 23,5 мкм в середине образца. Образцы 1 и 4, полученные при плотности тока в начальный период 0,5  $j_{\text{пред}}$  и  $j_{\text{пред}}$  имеют среднюю толщину 8 и 4 мкм соответственно со слабо выраженным максимумом в середине образца.

Образец 5, полученный по известному способу, имеет максимальную толщину покрытия 23,5 мкм на внешней поверхности и минимальную 8 мкм на внутренней. Таким образом, только материалы, полученные по предлагаемому режимам, имеют максимальную толщину покрытия по середине образца.

Полученные материалы термообработывались в восстановительной атмосфере при  $t = 1000^{\circ}\text{C}$  в течение 2 ч.

Таким образом, изобретение позволяет регулировать толщину металлического покрытия по толщине пористой подложки, в частности позволяет получать равномерное металлическое покрытие и покрытие с максимумом толщины по середине образца, что невозможно по способу-прототипу.

Возможность регулирования толщины металлического покрытия обеспечивает получение высокопористых материалов с улучшенными заранее заданными свойствами. В случае осаждения равномерного покрытия по толщине материала получают ячеистый металл высокой прочности, а при получении материала с неравномерным покрытием (с одним или несколькими максимумами) получают фильтрующий материал с переменным порораспределением, что повышает эффективность его работы.

Неоднородность металлического покрытия также повышает эффективность материала при использовании его в качестве радиопоглощающего элемента и фитиля тепловой трубы.

#### Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения пористого ячеистого материала, включающий нанесение электропроводного слоя на пористую ячеистую форму из органического материала, электрохимическое осаждение металлического покрытия из электролита и термообработку, отличающийся тем, что, с целью регулирования толщины покрытия по объему пористого материала, электропроводный слой наносят с удельным электросопротивлением, равным 2,0 - 5,0 от удельного сопротивления электролита, а электрохимическое осаждение покрытия производят при плотности тока, равной 0,8-0,9 предельной плотности тока.

Т а б л и ц а 1

Свойства медных высокопористых материалов

Материал	$\rho c/\rho_0$	Локальная толщина покрытия, мкм	Средняя толщина покрытия, мкм	Среднее квадратичное отклонение, $\delta$	Коэффициент вариации, $j$	$J_{нас}, \text{A/дм}^2$	$J = KJ_{пред}$	Примечание
1	1,5	40;35;15;3;0	18,6	16,3	0,87	1,60	0,7 $J_{пред}$	Покрытие осело у токоотвода и в близлежащих слоях материала
2	2,0	20;22;21;21;21	21	0,63	0,03	1,85	0,8 $J_{пред}$	Нижняя граница предлагаемого предела
3	3,3	21;22;21;21;20	21	0,63	0,03	1,96	0,85 $J_{пред}$	Середина предлагаемого диапазона
4	5,0	22; 21; 22; 21; 20;	21,2	0,75	0,035	2,07	0,9 $J_{пред}$	Верхняя граница предлагаемого диапазона
5	5,8	10;12;11;10;8	10,2	1,33	0,13	2,3	1,0 $J_{пред}$	Малый выход металла по току из-за выделения водорода

Материал	$\frac{\rho_{т.ф}}{\rho_{ж.ф}}$	$j$ в начальном моменте, А/дм <sup>2</sup>	$j$ в конечном моменте, А/дм <sup>2</sup>	Примечания
1	3,0	0,5	2,5	Плотность тока в начальном периоде соответствует 0,5 $j_{пред}$
2	3,0	0,8	4,0	Плотность тока соответствует 0,8 $j_{пред}$
3	3,0	0,9	4,5	Плотность тока свидетельствует 0,9 $j_{пред}$
4	3,0	0,99	5,05	Плотность тока в начальном периоде соответствует 1,0 $j_{пред}$
5	0,01	3,0	3,0	Плотность тока постоянна

