

Otrzymywanie powłok kobaltowych na ziarnie diamentowym stosowanych do narzędzi

Duży koszt ziarna diamentowego zmusza producentów narzędzi do prowadzenia szerokich badań, związanych z wykorzystaniem właściwości tego materiału. Jednym z kierunków jest powlekanie ziarna diamentowego metalowymi powłokami, głównie niklem, miedzią a niekiedy kobaltem.

Metalizację ziarna diamentowego można wykonać różnymi sposobami, najczęściej przez:

- rozpylanie metalu,
- nanoszenie powłok z fazy ciekłej,
- nanoszenie powłok z fazy gazowej,
- powlekanie elektrolityczne.

Metoda metalizacji przez rozpylanie metalu promieniowaniem elektro-
nowym pozwala na pokrycie diamentu bez ograniczeń prawie wszystkimi
metalami. Metoda ta jest związana jednak z zastosowaniem drogiej apa-
ratury.

Duże zastosowanie znalazła metalizacja z fazy ciekłej; W tym przy-
padku, dzięki działaniu sił kapilarnych w stanie ciekłym, stop zapeł-
nia najdrobniejsze nierówności na powierzchni diamentu, wykazując
działanie silnie wzmacniające ziarno po zakrzepnięciu. Technologia
nanoszenia warstwy metalu tą metodą jest czaso- i pracochłonna.

Równomierną powłokę o dużej adhezji do diamentu uzyskuje się pod-
czas nanoszenia jej z fazy gazowej; sposoby te oparte są na rozkła-
dzie halogenów. Sposób ten stosowano w ZSRR [1]. Jednak realizacja
jego jest związana z zastosowaniem skomplikowanego i kosztownego
oprzyrządowania.

Szerokie zastosowanie przemysłowe znalazła metoda powlekania elek-
trolitycznego. Stosuje się ją przede wszystkim do osadzania na ziar-
nie powłok niklowych i miedzianych. Polega ona na redukcji elektroli-
tycznej niklu lub miedzi na ziarnie diamentowym, przeprowadzanej przy
użyciu prądu stałego w konwencjonalnych kąpielach. Proces galwanicz-

nego pokrywania ziarna poprzedza etap wstępny, polegający na bezprądowym naniesieniu warstwy przewodzącej, najczęściej niklu, miedzi lub kobaltu. Złożona technologia procesów galwanicznych (wytworzenie warstwy przewodzącej, zastosowanie oprzyrządowania zapewniającego należyte doprowadzenie prądu do wszystkich ziarn diamentowych) skłoniła do zainteresowania się metodami bezprądowymi nanoszenia powłok metalicznych na ziarno diamentowe. Oprzyrządowanie metody bezprądowej jest bardzo proste i tanie w porównaniu z innymi metodami metalizacji.

Metoda bezprądowa, stosowana najczęściej do pokrywania dielektryków metalami, polega na katalitycznej redukcji jonów metali związkami redukującymi. Pokrywanie katalityczne jest szczególną odmianą pokrywania przez redukcję. Rodzaj i stężenie związku metalu, którym zamierza się pokryć, rodzaj i stężenie reduktora oraz innych składników są tak dobrane, aby po sporządzeniu kąpieli (nawet w podwyższonej temperaturze) reakcja redukcji nie zachodziła. Rozpoczyna się ona dopiero w chwili zetknięcia kąpieli z katalizatorem, przy czym redukcja zachodzi tylko na jego powierzchni. Katalizatorem takim może być powierzchnia metalu z VIII grupy układu okresowego, względnie dielektryka aktywowanego solami srebra, platyny i palladu. Warunkiem koniecznym jest, aby reakcję redukcji katalizował osadzany metal, gdyż dzięki temu reakcja zachodzi dalej. Dzięki autokatalizie następuje osadzanie powłoki do określonej uprzednio grubości [2]. Proces bezprądowego osadzania niklu lub kobaltu został opracowany już w 1947 r. przez Brennera i Ridela [3], ale dopiero w latach późniejszych nastąpiło większe zainteresowanie tymi procesami [12].

Najwięcej prac poświęconych procesowi bezpośredniego niklowania pochodzi z Japonii [4] i Związku Radzieckiego [5, 6]. Obszerny opis podstaw procesu chemicznego kobaltowania zamieszczono w monografii z zakresu powłok bezprądowych [7].

CEL NANOSZENIA POWŁOK METALOWYCH NA ZIARNO DIAMENTOWE

Metalizowane ziarno diamentowe ma przede wszystkim zastosowanie przy wytwarzaniu narzędzi ściernych o spoiwie organicznym. Do tego celu powleka się ziarno o strukturze mozaikowej. Charakterystyczną właściwością tego ziarna jest jego kruchość. W ziarnie tym niewielkie obszary ograniczone przez sub-granice mają nieco inną orientację krystalograficzną niż obszary sąsiednie. W takim ziarnie może być realizowane kontrolowane wykruszanie. Gdy siły szlifowania osiągną pewną wartość, wtedy kryształy pękają wzdłuż granicy każdego sub-ziarna. Tylko niewielkie, regularne kawałki odrywają się pozostawiając cząstkę z ostrymi krawędziami skrawającymi. Szczeliny, pory, zardzańnięcia i nacięcia są centrami naprężeń i zarodkami niszczenia, bardzo silnie wpływającymi na jego właściwości eksploatacyjne.

Dodatkowe znaczenie mają te defekty w kryształach kruchych, o dużym stosunku powierzchni do objętości ziarn. W rezultacie metalizacji trwałość takich ziarn diamentowych zwiększa się 2-3 krotnie. Odpowiednio wzrasta ich zdolność skrawania.

Stosowanie od szeregu lat na narzędzia ściernie o spoiwie organicznym ziarna diamentowego metalizowanego niklem lub miedzią ma poza tym bezsporne uzasadnienie ze względu na:

- polepszenie utrzymania ziarna w spoiwie,
- zwiększenie możliwości odprowadzania ciepła ze strefy szlifowania,
- zabezpieczenie ziarna przed utlenianiem.

Między żywicą organiczną i metalem zachodzi współdziałanie chemiczne, powodujące mocne osadzenie metalizowanych diamentów w spoiwie [8].

Utworzenie wiązania polimeru z powierzchnią metalu zachodzi, jak można przypuszczać, w rezultacie adsorpcji grup hydroksylowych na powierzchni i współdziałania ich z atomami metalu, jego tlenkami lub wodorotlenkami z powstawaniem jonowo-dipolowych lub wodorowych wiązań. Przypuszczalny schemat współdziałania ma następującą formę:

- dla utlenionej powierzchni metalu $MeO \dots\dots H^+OR$,

- dla nieutlenionej $Me \dots\dots \begin{matrix} OR \\ OR \end{matrix}$.

W takim przypadku wrywanie ziarn zachodzi w rezultacie pęknięcia spoiwa nie po granicy diament-spoivo, a po słoju w spoiwie, w pobliżu ziarn diamentu.

Największe zastosowanie w przemyśle ściernym ma ziarno diamentowe powlekane niklem (30-60% wag.), z racji zdecydowanego podwyższenia jego właściwości eksploatacyjnych.

Ziarno diamentowe powlekane warstwą miedzi stosuje się w przypadkach, gdy temperatury utwardzania żywicy i pracy narzędzi są znacznie niższe (wskutek utleniania się powłoki miedziowej przy wysokiej temperaturze) i jest zapewnione dobre odprowadzenie ciepła ze strefy szlifowania.

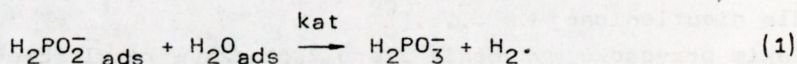
Metoda bezprądowego metalizowania (kobaltowania) z założenia w naszym przypadku ma spełniać inne zadanie niż wymienione wyżej. Powłoka kobaltowa w ilości 6-20% wag. ma spełniać rolę metalu-katalizatora w procesie wytwarzania polikrystalicznych, kompozytowych materiałów diamentowych, wytwarzanych metodą wysokociśnieniową i wysokotemperaturową. Ziarno diamentowe, pokryte cienką warstwą kobaltu, wchodzące m.in. w skład materiału kompozytowego zapewnia dobre rozłożenie jego wyjściowych składników. Wprowadzenie minimum dwóch składników do wyjściowej mieszaniny materiału o różnych granulacjach (metal + ziarno diamentowe) nie zapewni nigdy dobrego ich wymieszania, niezależnie od stosowanych metod ujednorodniania. Zastosowanie ziarna kobaltowego do tego celu spełnia powyższy warunek, a otrzymanie jednorodnego finalnego materiału kompozytowego jest uzależnione od wprowadzenia do

reakcji jednorodnie rozłożonych składników. Powyższe zagadnienia stworzyły konieczność podjęcia prac nad zależnością wydajności procesu kobaltowania od warunków jego przeprowadzania.

PODSTAWY PROCESU KOBALTOWANIA CHEMICZNEGO

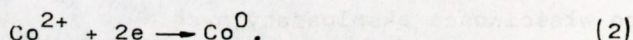
Powłoki kobaltowe można otrzymać w wyniku redukcji chlorku, względnie siarczanu kobaltu, związkami redukującymi: podfosforynem sodowym, hydrazyną lub borowodorkiem. Należy podkreślić, że redukcja jonów kobaltu zaczyna się dopiero w momencie zetknięcia kąpeli z katalizatorami, którymi są metale VIII grupy. Proces można prowadzić również na dielektrykach, aktywowanych solami palladu, platyny lub srebra.

Istotną cechą kobaltowania chemicznego jest katalizowanie reakcji redukcji przez osadzony metal-kobalt, umożliwiające osadzanie powłok dowolnej grubości. Proces katalitycznej redukcji jonów kobaltu jest dość złożony [7, 9]. Czynnikiem redukującym jest wodór atomowy, powstały wskutek reakcji podfosforynu sodowego z wodą:

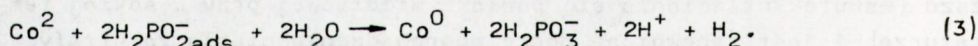


Reakcja podfosforynu z wodą przebiega na powierzchni metalu z VIII grupy układu okresowego.

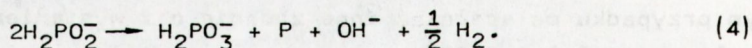
Uwolnione w reakcji (1) elektrony redukują jony Co^{2+} zgodnie z równaniem:



Sumarycznie reakcja redukcji przebiega zgodnie z równaniem:



Jednocześnie zachodzi redukcja podfosforynu sodowego do fosforu zgodnie z równaniem:



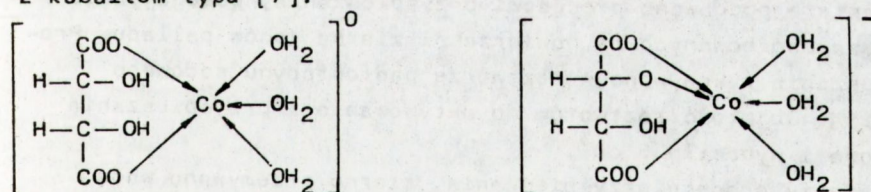
Fosfor wbudowuje się w powłokę tworząc roztwory stałe fosforu w kobaltocie α , czyli w alotropowej odmianie heksagonalnej kobaltu, czego potwierdzeniem są zmiany parametrów a i c sieci $\text{Co } \alpha$ [7]. Zawartość fosforu w powłokach jest uzależniona od pH roztworu. Wraz ze spadkiem pH elektrolitu zwiększa się zawartość fosforu w powłokach od 1 do 6%. Proces chemicznego kobaltowania, w przeciwieństwie do procesu niklowania, prowadzi się tylko w roztworach zasadowych, gdyż wydajność jego w roztworach kwaśnych jest znikoma. Ze względu na mechanizm reakcji redukcji jonów Co^{2+} podfosforynem sodowym, wydzielający się w czasie reakcji wodór obniża kwasowość kąpeli, co w konsekwencji może prowadzić do obniżenia wydajności. Z danych literaturowych [7, 9] wynika,

że najkorzystniejszy zakres pH kąpieli wynosi 8-10. Dla każdego składu kąpieli obserwuje się jednak optymalny zakres pH, zapewniający uzyskanie maksymalnej wydajności. Opracowano wiele kąpieli do bezprądowego osadzania kobaltu, których przykłady zamieszczono w tabelicy 1. [4, 7, 10].

Tablica 1. Przykłady kąpieli do procesu bezprądowego kobaltowania

Składniki i parametry procesu	Kąpiele				
	1	2	3	4	5
chlorek kobaltawy [g/dm ³]	30	30	30	18	137
podfosforyn sodowy [g/dm ³]	20	20	20	21	27
cytrynian sodowy [g/dm ³]	100	35	-	-	-
winian sodowo-potasowy [g/dm ³]	-	-	200	106	137
chlorek amonowy [g/cm ³]	50	50	50	50	68
temperatura K (°C)	363-365 (90-92)	363 (90)	363-365 (90-92)	363 (90)	363-373 (90-100)
pH	9-10	9-10	9-10	9-10	8-10
szybkość osadzania [µm/h]	3-10	16	8-14	16	4-5

Do podstawowych składników kąpieli bezprądowego kobaltowania należą: chlorek lub siarczan kobaltawy, podfosforyn sodowy, związki kompleksotwórcze (cytrynian sodowy lub winian sodowo-potasowy) oraz związki buforujące (związki amonowe lub kwas borowy). Związki kompleksotwórcze, wprowadzane do kąpieli, powodują utworzenie jonów kompleksowych z kobaltem typu [7]:



Utworzone jony winianowo-kobaltowe uniemożliwiają wytrącanie się wodorotlenku kobaltowego w zasadowej kąpieli [6, 7]. Związki buforujące - amoniak i jego sole - zapewniają utrzymanie stabilnego pH kąpieli.

Stężenie poszczególnych składników kąpieli oraz parametry procesu osadzania bezprądowego kobaltu wpływają na jakość nałożonych powłok i wydajność procesu.

Określenie wpływu poszczególnych składników kąpieli na wydajność procesu kobaltowania ziarna diamentowego i jakość otrzymywanych powłok oraz wytypowanie składu kąpieli, zapewniającego otrzymanie wydajności procesu w granicach 6-20% wag., jest przedmiotem niniejszej pracy.

Badania rozpoznawcze nanoszenia powłok kobaltowych na ziarno diamentowe przeprowadzano na ziarnie monokrystalicznym w gatunku MDAS o ziarnistości 45/53 μm . Przyjętymi kryteriami oceny kąpieli była wydajność procesu oraz wygląd powłok, obserwowany pod powiększeniem $\times 100$ za pomocą mikroskopu stereoskopowego. Wydajność procesu określano - zgodnie z przyjętymi międzynarodowymi oznaczeniami - stopniem metalizacji [1].

Stopień metalizacji obliczono wg wzoru

$$\frac{M_m}{M_{dp}} \cdot 100 = S_m [\%]$$

$$M_m = M_{dk} - M_{dp}$$

gdzie:

M_m - masa warstwy kobaltu na ziarnie diamentowym,

M_{dp} - początkowa masa ziarna diamentowego,

M_{dk} - masa ziarna po procesie kobaltowania.

Proces kobaltowania prowadzono metodą bezprądową, redukując jony kobaltu silnie działającym związkiem redukującym - podfosforynem sodowym. Proces ten poprzedzała obróbka wstępna ziarna, na którą składał się proces aktywowania, przyspieszania, płukania i suszenia. Aktywowanie odgrywa zasadniczą rolę w metalizacji ziarna diamentowego. Nie równomiernie zaadsorbowane jony metalu aktywującego ziarno mogą być przyczyną drastycznego spadku wydajności procesu kobaltowania.

Do aktywowania stosowano chlorek palladawy. Po przeprowadzeniu aktywowania i usunięciu pozostałego roztworu chlorku palladawego ziarno diamentowe poddawano procesowi przyspieszania, polegającego na redukcji zaadsorbowanych na powierzchni ziarna jonów palladu. Proces przyspieszania wykonywano w roztworze podfosforynu sodowego o stężeniu 15%. Objętość roztworów do aktywowania i przyspieszania była jednakowa i wynosiła 5 cm^3 .

Po zakończeniu procesu przyspieszania, ziarno przemywano wodą i suszono w suszarce w temperaturze 353 K (80°C) w czasie 20 minut. Wysuszone ziarno ważono na wadze analitycznej z dokładnością 10^{-4} g i przenoszono do podgrzanego elektrolitu do kobaltowania.

We wszystkich badaniach wielkość próbki ziarna poddawanego procesowi kobaltowania wynosiła 1 karat (0,2 g), a objętość elektrolitu 0,1 dm^3 . Ziarno przeznaczone do kobaltowania było w jednym gatunku MDAS i ziarnistości 45/53 μm . Przyjęto stały czas kobaltowania - 30 minut. Do każdej próbki stosowano świeży elektrolit. Kąpiel poddawano mieszaniu mieszadłem laboratoryjnym z szybkością 330-350 obr/min. Stałą temperaturę kąpieli 333 K (60°C) utrzymywano za pomocą ultratermostatu.

BADANIE WPŁYWU STĘŻENIA SKŁADNIKÓW ROZTWORU DO AKTYWACJI
ORAZ SKŁADNIKÓW W KĄPIELI DO KOBALTOWANIA NA WYDAJNOŚĆ PROCESU
I JAKOŚĆ OTRZYMYWANYCH POWŁOK

Proces aktywacji ziarna diamentowego przeprowadzano w alkoholowych roztworach chlorku palladawego o różnych stężeniach. Sprawdzeniem aktywowania była jakość powłok kobaltowych i wydajność procesu kobaltowania, prowadzonego w kąpeli o składzie [11]:

- chlorek kobaltawy - 30 g/dm³
- podfosforyn sodowy - 15 g/dm³
- winian sodowo-potasowy - 160 g/dm³
- amoniak - 32 cm³/dm³.

Z zestawienia otrzymanych wyników (tablica 2) można stwierdzić, że do aktywacji ziarna diamentowego można użyć jedynie roztwory o stężeniu 0,01 i 0,02% PdCl₂, zapewniające wydajność procesu rzędu 7-9%.

Tablica 2. Wpływ stężenia PdCl₂ na wydajność procesu kobaltowania

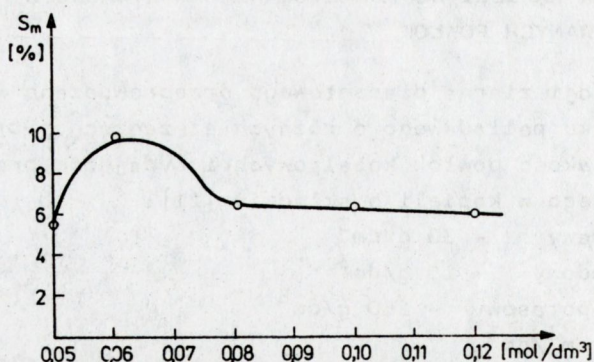
Stężenie PdCl ₂ [%]	Wydajność procesu kobaltowania [%]
0,1	intensywne wytrącanie metalicznego Pd
0,01	7,5 - 9
0,02	8 - 8,2
0,002	0,05

Należyte zwilżenie ziarna w procesie aktywacji zapewnia maksymalne zaadsorbowanie jonów Pd²⁺ na powierzchni ziarna, a w konsekwencji otrzymanie jednolitej powłoki kobaltowej na ziarnie. Aktywację ziarna prowadzono w temperaturze 338-343 K (65-70°C). Próby obniżenia temperatury aktywacji do 323 K (50°C) w roztworze PdCl₂ o stężeniu 0,02% spowodowały spadek wydajności kobaltowania z 8% do 4%. Uzyskanie powtarzalnych wyników wydajności w procesie kobaltowania ziarna diamentowego zapewnia aktywacja w roztworze chlorku palladawego o stężeniu 0,01-0,02% w temperaturze 338-343 K (65-70°C).

Ustalenie wpływu poszczególnych składników kąpeli do kobaltowania na wydajność procesu i jakość powłok kobaltowych na ziarnie diamentowym obejmowało zbadanie wpływu stężenia chlorku kobaltawego, podfosforynu sodowego, winianu sodowo-potasowego i amoniaku. Badanie wpływu stężenia chlorku kobaltawego na wydajność procesu przeprowadzano w kąpeli o składzie:

- podfosforyn sodowy - 15 g/dm³
- winian sodowo-potasowy - 160 g/dm³
- amoniak - 32 cm³/dm³
- chlorek kobaltawy (zmienne stężenie) - 12-15 g/dm³
(0,05-0,12 mol/dm³).

Otrzymane wyniki przedstawiono na rys. 1.



Rys. 1. Wpływ stężenia chlorku kobaltowego na wydajność procesu

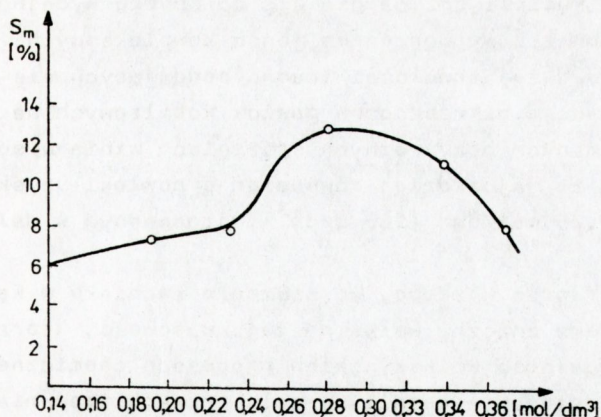
Wzrost stężenia chlorku kobaltowego od 0,05 mol/dm³ (12 g/dm³) do 0,06 mol/dm³ (15 g/dm³) powoduje wzrost wydajności procesu do 10%. Po uzyskaniu maksymalnej wydajności, dalsze zwiększenie stężenia chlorku kobaltowego w kąpeli powoduje spadek wydajności procesu ponownie do 6,5%.

Przy dalszym zwiększaniu stężenia chlorku kobaltowego w kąpeli wydajność ta utrzymuje się na tym samym poziomie. Prawdopodobnie jest to związane ze zbyt niskim stężeniem podfosforynu sodowego, nie wystarczającym do całkowitej redukcji jonów kobaltu w kąpeli o zawartości chlorku kobaltowego w zakresie 0,08-0,13 mol/dm³. Prowadzone równoległe obserwacje mikroskopowe pozwoliły stwierdzić, że najbardziej równomiernie nałożoną na ziarno powłokę kobaltową otrzymano przy stężeniu 0,08 mol/dm³, co zadecydowało o wytypowaniu tego stężenia chlorku kobaltowego do dalszych badań.

Badanie wpływu stężenia podfosforynu sodowego na wydajność procesu i jakość powłok kobaltowych wykonano w kąpeli o składzie:

- chlorek kobaltawy - 18 g/dm³ (0,08 mol/dm³)
- winian sodowo-potasowy - 160 g/dm³ (0,76 mol/dm³)
- amoniak - 32 cm³/dm³
- podfosforyn sodowy (zmiennie stężenie) - 15-40 g/dm³
(0,14-0,37 mol/dm³)

Przedstawione na rysunku 2 wyniki badań wskazują, że wraz ze wzrostem stężenia podfosforynu sodowego rośnie wydajność procesu, aż do uzyskania maksimum 13% odpowiadającego stężeniu podfosforynu sodowego 0,28 mol/dm³ (30 g/dm³). Dalsze zwiększanie zawartości podfosforynu sodowego powoduje spadek wydajności, co wskazywałoby na niewłaściwy stosunek stężeń podfosforynu sodowego do chlorku kobaltowego w kąpeli. Należy dodać, że najlepszą jakość powłok otrzymano przy stężeniu podfosforynu sodowego 0,28 mol/dm³ i to stężenie stosowano w dalszych badaniach.

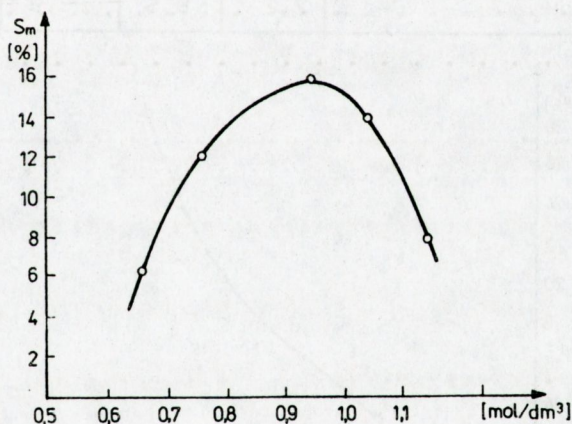


Rys. 2. Wpływ stężenia podfosforynu sodowego na wydajność procesu

W toku dalszych badań zajęto się ustaleniem wpływu stężenia winianu sodowo-potasowego na wydajność procesu i jakość powłok.

W badaniach stosowano kąpiel o składzie:

- chlorek kobaltawy + 18 g/dm³ (0,08 mol/dm³)
- podfosforyn sodowy - 30 g/dm³ (0,28 mol/dm³)
- amoniak - 32 cm³/dm³
- winian sodowo-potasowy (zmiennie stężenie) - 140-240 g/dm³
(0,66-1,14 mol/dm³.)



Rys. 3. Wpływ stężenia winianu sodowo-potasowego na wydajność procesu

Na rysunku 3 przedstawiono wyniki badań wpływu stężenia winianu sodowo-potasowego na wydajność procesu. Zaobserwowano, że przy stężeniu winianu 0,66 mol/dm³ wytrąca się osad, prawdopodobnie wodorotlenek kobaltawy, utrudniający przebieg procesu redukcji. W miarę wzrostu stężenia winianu sodowo-potasowego od 0,6 mol/dm³ do 0,95 mol/dm³ wydajność procesu rośnie, aż do osiągnięcia 16%. Dalszy wzrost stę-

zenia winianu w kąpeli przyczynia się do spadku wydajności, związanego prawdopodobnie z wytworzeniem jonów kompleksowych, winianowo-kobaltowych, o dużej trwałości trudno poddających się procesowi redukcji. Obserwacje mikroskopowe powłok kobaltowych na ziarnie diamentowym, otrzymanych przy różnych stężeniach winianu sodowo-potasowego, wykazały, że najbardziej równomierne powłoki uzyskano przy stężeniu winianu $0,76 \text{ mol/dm}^3$ (160 g/dm^3), stosowanym w dalszych badaniach.

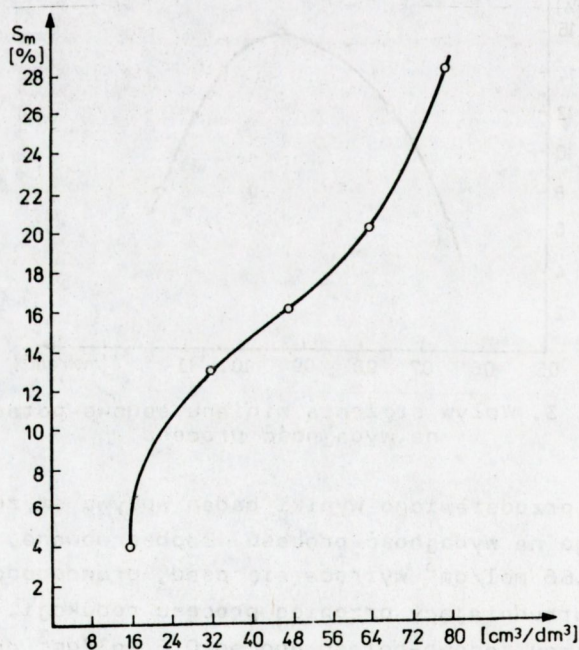
Z wcześniejszych prac wiadomo, że stężenie amoniaku w kąpeli do kobaltowania wywiera znaczny wpływ na jej kwasowość, która wpływa zdecydowanie na wydajność we wszystkich procesach chemicznego lub elektrochemicznego osadzania metali. W celu przeanalizowania tej zależności proces przeprowadzono w kąpeli o składzie:

- chlorek kobaltowy - 18 g/dm^3 ($0,08 \text{ mol/dm}^3$)
- podfosforyn sodowy - 30 g/dm^3 ($0,28 \text{ mol/dm}^3$)
- winian sodowo-potasowy - 160 g/dm^3 ($0,76 \text{ mol/dm}^3$)
- amoniak (zmienne stężenie) - $16-80 \text{ cm}^3/\text{dm}^3$.

Wpływ zawartości wodnego 25% roztworu amoniaku na pH kąpeli ujęto w tablicy 3.

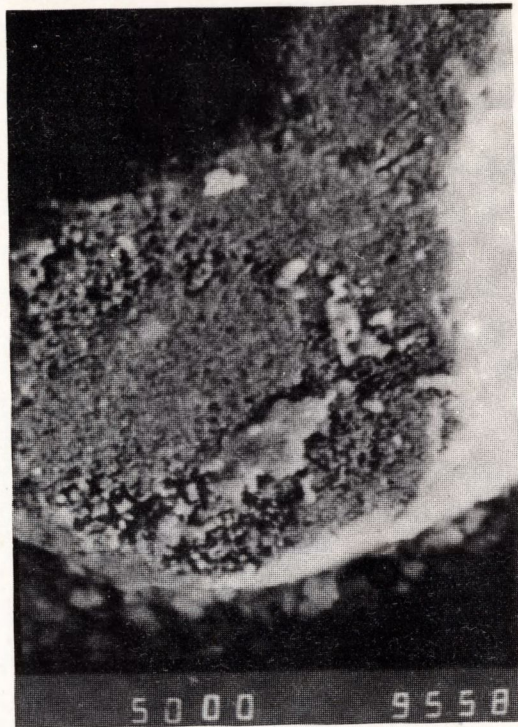
Tablica 3. Wpływ zawartości amoniaku na pH kąpeli

Zawartość amoniaku [cm^3/dm^3]	16	32	48	64	80
pH	7,2	8,5	8,9	9,3	9,5

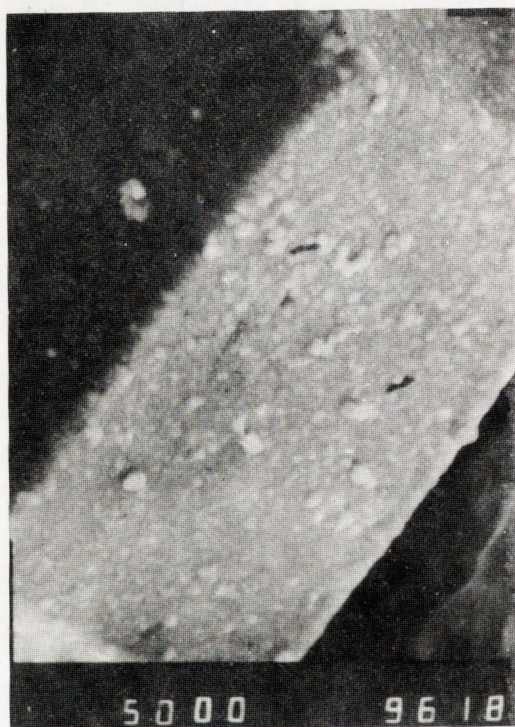


Rys. 4. Wpływ stężenia amoniaku w kąpeli na wydajność procesu

Fot. 1. Powłoka kobaltowa otrzymana przy wydajności procesu 4%. Pow. 5000x.



Fot. 2. Powłoka kobaltowa otrzymana przy wydajności procesu 8%. Pow. 5000x.



Fot. 3. Powłoka kobaltowa otrzymana przy wydajności procesu 16%.
Pow. 5000x.

Na rysunku 4 przedstawiono wyniki badań wpływu stężenia amoniaku na wydajność procesu. W miarę wzrostu stężenia amoniaku rośnie wydajność procesu kobaltowania. Bardzo niską wydajność procesu uzyskaną przy stężeniu amoniaku $16 \text{ cm}^3/\text{dm}^3$ należy tłumaczyć znacznym obniżeniem pH kąpielii.

Ze względu na zadawalającą jakość powłok, uzyskaną już przy stężeniu $32 \text{ cm}^3/\text{dm}^3$, przyjęto je do stosowania w dalszych badaniach.

OBSERWACJE POWŁOK PRZY WYKORZYSTANIU MIKROSKOPII SKANNINGOWEJ

Powłoki kobaltowe, nanoszone na ziarno diamentowe przy różnych stężeniach poszczególnych składników, obserwowano za pomocą mikroskopu stereoskopowego przy powiększeniu $\times 100$. Zastosowanie mikroskopu skanningowego pozwoliło na dokładniejsze obserwacje nałożonych warstw. Badanie wykonano za pomocą mikroskopu skanningowego TESLA BS 300. Na fot. 1-3 przedstawiono przykłady powlekania kobałem ziarna diamentowego przy różnych wydajnościach procesu, a w konsekwencji o różnej grubości powłok.

Powłoka przedstawiona na fot. 1 została otrzymana przy wydajności 4%. Powłoka przy tej wydajności jest nieciągła. Ściany kryształów diamentu są tylko częściowo pokryte powłoką. Obrazy mikroskopowe wskazują w tym przypadku na zdecydowanie niekorzystną jakość powłok otrzymywanych przy tej wydajności.

Powłoka przedstawiona na fot. 2 została otrzymana przy wydajności procesu kobaltowania 8%. Powłoka ta jest jednolita, bez odprysków i spękań. Struktura jej jest drobnokrystaliczna.

Na fot. 3 przedstawiono powłokę otrzymaną w procesie kobaltowania ziarna diamentowego przy wydajności 16%. Struktura tej powłoki jest również drobnokrystaliczna, podobna do poprzedniej. Jest jednolita i równomierna. Odwzorowana powierzchnia podłoża na wszystkich próbkach wskazywałaby na uzyskiwanie cienkich warstw kobaltowych.

WNIOSKI

Przeprowadzone i przedstawione wyżej badania pozwoliły ustalić zależność pomiędzy stężeniem składników kąpielii a wydajnością procesu kobaltowania oraz jakością otrzymywanych powłok kobaltowych.

Na tej podstawie wytypowano kąpiel o składzie:

- chlorek kobaltawy	- $18 \text{ g}/\text{dm}^3$ ($0,08 \text{ mol}/\text{dm}^3$)
- podfosforyn sodowy	- $30 \text{ g}/\text{dm}^3$ ($0,28 \text{ mol}/\text{dm}^3$)
- winian sodowo-potasowy	- $160 \text{ g}/\text{dm}^3$ ($0,76 \text{ mol}/\text{dm}^3$)
- amoniak	- $32 \text{ cm}^3/\text{dm}^3$,

przewidzianą do kontynuowania badań związanych z wpływem pozostałych parametrów procesu na jakość powłok kobaltowych osadzanych na ziarnie diamentowym.

Powyższe wyniki badań stwarzają możliwość regulowania wydajności osadzania warstw kobaltowych w zależności od potrzeb, jakie stawiają wykonawcy kompozytowych materiałów diamentowych.

LITERATURA

- [1] Migdał W.: Zeszyty Naukowe IOS Nr 72, Kraków 1984
- [2] Gawriłow G.: Chemische (stromlose) Vernickung Eugen Leuze Verlag 1974
- [3] Brenner A., Riddel G.: Res. Nat. V.S. B-ur Stand 1946, 37, 31, 1947, 39, 385
- [4] Ishibashi S.: Metals Eng. Japan 1968, 8N 10, 444
- [5] Gorbunowa K.: Nikiforowa A.: Zašita Metałłow - 1967, 5, 195
- [6] Gorbunowa K.: Zašita Metałłow - 1966, 2, 447
- [7] Gorbunowa K.: Nikiforowa A.: Fiziko-chimiceskije osnovy processa chimiceskovo kobaltirowania, Nauka 1974
- [8] Emelanov B. M., Ulberg Z. R., Kogosov: Vzaimodejstvie organičeskoj sbâzki z poverhnostû metalizirovannyh almazov, Sintetičeskiye almazы Nr 3, 1974
- [9] Brenner A., Riddel G.: Proc. Amer. Electroplat. Soc. 1947, 34, 156
- [10] Tokano O., Mashi M., Jshibaski S.: J. Metal Finisk Soc. Japan 1967, 13, Nr 5, 180
- [11] Nawrocka A.: Ochrona przed korozją 1963, 1, 10
- [12] Lunblad E.G.: Metal-coated diamonds set grinding performance standards, Cutting Tool-Engineering 1966, IX