
ATTI ACCADEMIA NAZIONALE DEI LINCEI
CLASSE SCIENZE FISICHE MATEMATICHE NATURALI

RENDICONTI

ROBERTOE PIONTELLI, GIULIO MONTANELLI

Deposizione del nichel per riduzione chimica. Bagni solfammato-ipofosfito

Atti della Accademia Nazionale dei Lincei. Classe di Scienze Fisiche, Matematiche e Naturali. Rendiconti, Serie 8, Vol. 35 (1963), n.5, p. 233–235.

Accademia Nazionale dei Lincei

<http://www.bdim.eu/item?id=RLINA_1963_8_35_5_233_0>

L'utilizzo e la stampa di questo documento digitale è consentito liberamente per motivi di ricerca e studio. Non è consentito l'utilizzo dello stesso per motivi commerciali. Tutte le copie di questo documento devono riportare questo avvertimento.

*Articolo digitalizzato nel quadro del programma
bdim (Biblioteca Digitale Italiana di Matematica)
SIMAI & UMI*

<http://www.bdim.eu/>

Elettrochimica. — *Deposizione del nichel per riduzione chimica. Bagni solfammato-ipofosfito.* Nota di ROBERTO PIONTELLI e GIULIO MONTANELLI, presentata (*) dal Corrisp. R. PIONTELLI.

L'applicazione dell'elettrolita solfammico nei processi elettrometallurgici compie il venticinquennio. È infatti in data 15 dicembre 1938, che venivano presentate, da L. Cambi e R. Piontelli, domanda di brevetto ⁽¹⁾ ed una Nota ⁽²⁾ all'Istituto Lombardo di Scienze e Lettere.

Con i successivi studi di R. Piontelli e collaboratori ⁽³⁾ ⁽⁴⁾, venivano indicati i campi di possibile applicazione, inerenti a Cu, Fe, Cd, Zn, Rh, Co, Ag, Pb e Ni.

I frutti dell'applicazione industriale dei bagni solfammici per l'elettrodeposizione del nichel venivano portati alla ribalta specialmente da Barrett in America ⁽⁵⁾, ed hanno formato oggetto di approfonditi studi ⁽⁶⁾ ⁽⁷⁾ ⁽⁸⁾ ⁽⁹⁾ ⁽¹⁰⁾ sulle proprietà e le condizioni per l'ottenimento dei depositi, utilizzati per l'elettroformatura, per l'elettrotipia e per i rivestimenti a spessore. E ciò soprattutto per la peculiare caratteristica di basse tensioni interne dei depositi di nichel e l'alta velocità di deposizione ottenibili con l'elettrolita solfammico.

La deposizione del nichel per via chimica, in luogo dell'elettrodeposizione, è stata sviluppata da Brenner e Riddel ⁽¹¹⁾, con bagni costituiti essenzialmente da cloruro, o solfato di nichel, con aggiunta di ipofosfito sodico, quale agente riducente e di altri sali di acidi organici ed inorganici, con funzioni di catalizzatori e di stabilizzatori.

L'importanza di detto processo quale utile complemento per specifiche applicazioni della nichelatura per elettrodeposizione, ha fatto sorgere inizialmente negli Stati Uniti e successivamente in diversi altri paesi, ed anche in Italia, installazioni industriali per la sua realizzazione.

(*) Nella seduta del 9 novembre 1963.

(1) L. CAMBI e R. PIONTELLI, Brev. Ital. 268.824, depositato il 15 dicembre 1938, ril. il 4 aprile 1939.

(2) L. CAMBI e R. PIONTELLI, « Rend. Ist. Lomb. Sci. e Lett. », 72, 128 (1939).

(3) R. PIONTELLI e A. GIULOTTO, « Chimica e Industria », 21, 478 (1939).

(4) R. PIONTELLI, « Korrosion u. Metallschutz », 19, 110 (1943).

(5) R. C. BARRETT, « Plating », 41, 1027 (1954).

(6) M. B. DIGGIN, « Metal Progress », 66, 132 (1954).

(7) R. PIONTELLI e G. SERRAVALLE, « Z. f. Elektrochemie », 62, 759 (1958).

(8) R. PIONTELLI e G. SERRAVALLE, « Trans. Inst. Metal Finishing », 34, 293 (1957).

(9) R. A. F. HAMMOND, « Il Nickel », 99, 100 (1962).

(10) *Symposium on Electroforming*, Ed. ASTM, STP n. 318 (ASTM Philadelphia, 1962).

(11) A. BRENNER e G. RIDDEL, « J. Research NBS », 37, 31 (1946).

COMPOSIZIONE DEI BAGNI.

Per la deposizione del nichel per riduzione chimica, in bagni a base di ipofosfito sodico, i sali di nichel fin qui utilizzati risultano essere il cloruro e il solfato, anioni, questi, classici anche nel tradizionale processo di elettrodeposizione.

Né menzioni ad altri sali di nichel risultano dalle più complete e recenti messe a punto su detto argomento ⁽¹²⁾ ⁽¹³⁾ ⁽¹⁴⁾, per bagni sia acidi, sia basici, se si eccettua il cenno alla sperimentazione con altri anioni effettuato da Minjer e Brenner ⁽¹⁵⁾, che hanno utilizzato perfluoroacetato e perfluoro-butilato di nichel 0,125 molare, in luogo del cloruro, senza per altro precisare i motivi di detta scelta. Sulla base dei risultati dell'impiego di bagni solfammici nell'elettrodeposizione di nichel, abbiamo ritenuto interessante studiare l'impiego delle soluzioni solfamiche, anche nel processo di nichelatura per via chimica.

I bagni solfammici acidi da noi sperimentati, in via preliminare, contengono esclusivamente nichel solfammato e ipofosfito sodico quale agente riducente. Altre aggiunte, a cui si attribuiscono funzioni acceleranti e stabilizzatrici ⁽¹²⁾, già largamente introdotte nella pratica industriale, saranno oggetto di studi successivi.

METODI SPERIMENTALI E RISULTATI.

È stata preparata una soluzione molare di $\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2$, neutralizzando acido solfammico cristallizzato con carbonato di nichel, entrambi prodotti puri per analisi. Si è operato a temperatura ambiente ed aggiungendo l'acido alla sospensione di carbonato di nichel. È noto infatti che le soluzioni di acido solfammico riscaldate idrolizzano notevolmente; al contrario, le soluzioni vicine alla neutralità di solfammato di nichel, anche concentrato, presentano un grado di idrolisi trascurabile se pur riscaldate all'ebollizione ⁽¹⁶⁾. Nostre esperienze con un bagno di nichelatura chimica, hanno rivelato un tasso di idrolisi dell'1 %, per una permanenza di 10 ore a 98° C.

CONCLUSIONI SPERIMENTALI E RISULTATI.

I campioni, su cui sono stati ottenuti depositi di nichel, erano costituiti da piccole lastre d'ottone con un'area di 60 cm².

La preparazione, prima dell'immersione in bagno, era la seguente, nell'ordine: sgrassatura in trielina; lavaggio; trattamento con pasta detersiva; lavaggio in acqua distillata; decappaggio in HCl 10 %; lavaggio.

(12) *Symposium on Electroless Nickel*, Ed. ASTM, STP n. 265 (ASTM Philadelphia 1959).

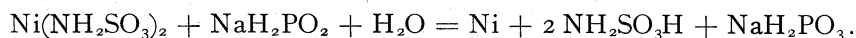
(13) K. H. GORBUNOVA e A. A. NIKIFOROVA, *Chemical Nickel Plating*, Izdat'stvo Akademii Nauk SSSR – trad. Israel Program for Scientific Translations, Jerusalem 1963.

(14) E. B. SAUBESTREE, «Metal Finishing», 60, 46 (agosto 1962).

(15) C. H. DE MINJER e A. BRENNER, «Plating», 44, 1297 (1957).

(16) S. SATHAYANARAYANA e T. L. RAMACHAR, «J. Sci. Ind. Res. India», 16 A, 78 (1957).

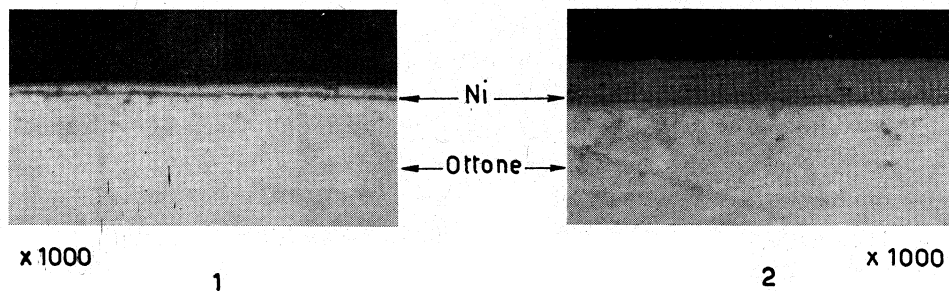
La soluzione, del volume di 1000 cc, che costituiva il bagno, veniva preparata diluendo la soluzione 1 M di $\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2$ alle varie concentrazioni più sotto indicate. Alla stessa veniva aggiunto ipofosfito sodico, disciolto a parte, con regolazione iniziale del pH a 4,5 (a 25°C). Durante la deposizione del nichel metallico, si libera acido secondo la reazione:



Nella tabella seguente riportiamo i risultati di deposizione da bagni alle diverse concentrazioni di nichel solfammato.

Bagno n.	1	2	3	4
$\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2$ (moli/l)	0,05	0,075	0,1	0,14
NaH_2PO_2 (moli/l)	0,20	0,20	0,20	0,20
Temperatura (°C)	95	95	95	95
Aspetto del deposito	Semilucido	semilucido	semilucido	ruvido

La fotografia n. 1 mostra la sezione ingrandita di un provino ottenuto in 9' per deposizione del bagno n. 2 e dello spessore di 1 micron. La fotografia n. 2 mostra la sezione di un provino con deposito metallico di 5,5



micron, ottenuto in 27' con il bagno n. 3. I depositi si presentano con ottima aderenza, compatti e uniformi.

Le velocità di deposizione riscontrate sono dell'ordine dei 6-12 micron/ora; cioè sono apprezzabili anche in assenza di particolari aggiunte, con il concorso delle quali sarà probabilmente possibile accrescerle.

Possiamo quindi concludere, sia pure in via preliminare, che i bagni a base di solfammato di nichel ed ipofosfito di sodio bene si prestano ad ottenere depositi anche per riduzione di nichel, specie fino a 10 micron e con caratteristiche almeno analoghe a quelle che si ottengono, nelle stesse condizioni di temperatura e di acidità, con i bagni fin qui introdotti nella pratica industriale.