



- (12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ 1-0043707
(51)^{2021.01} C25F 3/02; C25B 11/061; C25F 3/06; (13) B
C25B 11/03; C25B 11/093
-

- (21) 1-2022-06261 (22) 23/03/2021
(86) PCT/EP2021/057498 23/03/2021 (87) WO 2021/191241 30/09/2021
(30) 102020000006187 24/03/2020 IT
(45) 25/02/2025 443 (43) 26/12/2022 417A
(73) INDUSTRIE DE NORA S.P.A. (IT)
Via Bistolfi, 35, 20135 Milan, Italy
(72) CALDERARA, Alice (IT); BRICHESE, Marianna (IT).
(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)
-

- (54) PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ CHẤT NỀN KIM LOẠI ĐỂ SẢN XUẤT ĐIỆN CỰC VÀ
ĐIỆN CỰC ĐỂ THOÁT KHÍ TRONG CÁC QUÁ TRÌNH ĐIỆN HÓA

(21) 1-2022-06261

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý bề mặt của chất nền kim loại, thích hợp để sử dụng làm lớp nền điện cực trong các quá trình điện hóa, bao gồm các bước sau:

(a) nhúng chất nền kim loại đã nêu và ít nhất một điện cực phụ trợ trong chất điện phân được chọn từ axit clohydric, axit nitric, axit boric hoặc axit sulfuric ở nồng độ trọng lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 40%;

(b) đặt mật độ dòng điện tại anot lên chất nền kim loại đã nêu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 30 A/dm² trong khoảng thời gian từ 0,5 đến 120 phút.

Sáng chế cũng đề cập đến điện cực để thoát khí trong các quá trình điện hóa thu được từ chất nền đã xử lý tương ứng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế chất nền kim loại thích hợp để sử dụng làm lớp nền điện cực trong các ứng dụng điện hóa công nghiệp, và đề cập đến điện cực sản xuất được sử dụng chất nền kim loại thu được theo cách này. Phương pháp đã nêu cho phép thu được chất nền kim loại được đặc trưng bởi bề mặt có độ nhám được kiểm soát.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nói chung, các quá trình điện hóa bao gồm sự thoát các khí khác nhau làm cho lớp phủ xúc tác, mà nói chung được kết tủa trên chất nền kim loại, chịu ứng suất hóa lý liên tục; sự bám dính của lớp phủ này vào chất nền kim loại do đó đóng vai trò căn bản trong việc thu điện cực có tuổi thọ chấp nhận được trong công nghiệp.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này biết rằng sự bám dính của lớp xúc tác vào chất nền kim loại liên quan mật thiết đến profin độ nhám bề mặt của chính chất nền kim loại, độ nhám đảm bảo nền neo thích hợp cho lớp phủ xúc tác.

Trong tài liệu chuyên ngành, nhiều kiểu xử lý bề mặt thích hợp để tạo độ nhám cho chất nền kim loại được mô tả. Một quy trình, ví dụ, gồm phun cát khô trong đó bề mặt của chất nền kim loại được mài mòn bằng vòi phun va đập không khí áp suất cao với cát hoặc đá mặt, hoặc theo cách khác là phun cát ướt, trong đó bề mặt của chất nền kim loại được mài mòn bằng vòi phun nước áp suất cao với cát hoặc đá mặt.

Tuy nhiên, các phương pháp xử lý này tạo ra trên cấu trúc kim loại lượng đáng kể ứng suất nén dư. Khi các lưới hoặc tấm mỏng được sử dụng, ví dụ có độ dày nhỏ hơn 1 mm, có khả năng ứng suất nén dư đã nêu tạo ra các biến dạng trên chất nền kim loại dẫn đến mất đi độ phẳng. Vì lý do này, phương pháp phun khô hoặc ướt chỉ có thể áp dụng được cho các chất nền kim loại tương đối dày.

Ngoài ra, các phương pháp xử lý và đập cơ học này cho thấy các nhược điểm ngay cả khi áp dụng cho các chất nền kim loại dày. Tác động của việc phun cát, trên thực tế, có thể làm tăng căn bản độ cứng của chất nền kim loại mà có thể dẫn đến nứt vỡ trong quá trình phủ lớp phủ xúc tác và xử lý nhiệt sau đó. nhược điểm khác của các phương pháp đã biết này được thể hiện bằng tính đồng nhất kém của profin độ nhám thu được, bởi tính phức tạp trong việc kiểm soát nó do nó phụ thuộc vào việc kết hợp nhiều thông số xử lý như phép đo độ hạt cát hoặc đá mịn, áp suất không khí hoặc nước, kích thước vòi phun và góc phun so với bề mặt. Hơn thế nữa, một khi kiểu xử lý bề mặt này được kết thúc, chất nền kim loại có thể bị hỏng bởi các cạnh đá mịn hoặc cát mà ảnh hưởng tiêu cực đến sự bám dính của lớp phủ xúc tác.

Ngoài ra, phương pháp có nhược điểm do cần thay đổi thường xuyên cát hoặc đá mịn được sử dụng do cỡ hạt thay đổi và giảm đi trong quá trình xử lý, với kết quả là giảm hiệu quả mài mòn. Cuối cùng, việc loại bỏ cát, hoặc đá mịn, bị hỏng do các hạt bị mài mòn bởi chất nền kim loại đã xử lý, là phức tạp và đắt tiền.

Các kiểu xử lý bề mặt khác đã biết trong lĩnh vực này bao gồm kết hợp phun cát, với cát hoặc đá mịn, với khắc ăn mòn hóa học trong các dung dịch axit, hoặc với xử lý nhiệt tiếp theo là khắc ăn mòn hóa học trong các dung dịch axit và phun bằng cách nấu chảy kim loại hoặc gốm oxit, do đó tạo điều kiện thuận lợi cho việc tăng trưởng lớp nhám. Mỗi kỹ thuật này, tuy nhiên, đều có nhược điểm chủ yếu liên quan đến khó khăn trong việc tạo profin độ nhám đồng nhất cho toàn bộ bề mặt xử lý.

Từ các lĩnh vực định thử khác, phương pháp xử lý bề mặt sử dụng các quá trình điện hóa là đã biết. Ví dụ, Đơn patent Trung Quốc số CN 110760862 A mô tả phương pháp xử lý bề mặt của các lá đồng rất mỏng được sử dụng trong bảng mạch PCB mật độ cao trong đó, trong quy trình nhiều bước phức tạp, phương pháp xử lý điện hóa với axit sulfuric nồng độ thấp ở các mật độ dòng điện cao được sử dụng. Đơn patent Trung Quốc số CN 106521587 A đề cập đến điều chế bề mặt các dải thép không gỉ được sử dụng làm các thành phần cấu trúc trong các nhà máy hạt nhân để giữ các thanh nhiên liệu mà áp dụng phương pháp xử lý điện hóa sử dụng axit sulfuric đặc. Chất nền được sử dụng trong các đơn patent Trung Quốc này là

không thích hợp làm chất nền cho các điện cực trong các ứng dụng điện hóa công nghiệp.

Do đó, cần đề xuất phương pháp xử lý chất nền kim loại thích hợp cho các điện cực trong các ứng dụng điện hóa công nghiệp mà khắc phục được cả hai nhược điểm do việc làm sạch không tương xứng bề mặt xử lý, mà có thể ảnh hưởng tiêu cực đến sự bám dính của lớp phủ xúc tác, và việc khó thu được profin độ nhám đồng nhất, tái sử dụng được của toàn bộ bề mặt của chất nền kim loại đơn lẻ và trên các mẫu khác nhau của mẻ sản xuất công nghiệp, cũng như chi phí cho việc loại bỏ cát hoặc đá mặt đã sử dụng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Trong công nghiệp quá trình điện hóa, tính cạnh tranh liên quan đến nhiều yếu tố, một yếu tố chính là làm giảm mức tiêu thụ năng lượng, trực tiếp liên quan đến điện áp của quá trình tổng thể.

Việc làm giảm điện áp đã nêu có thể đạt được bằng cách sử dụng anot và catot có lớp phủ xúc tác thích hợp để tạo điều kiện thuận lợi cho các quá trình điện hóa yêu cầu, như ví dụ sự thoát khí hydro, clo hoặc oxy. Do đó, sáng chế đề cập đến, trong số những thứ khác, phương pháp để xử lý lưới hoặc tấm kim loại được sử dụng làm chất nền kim loại của các điện cực được lắp đặt làm anot hoặc catot trong các bình điện hóa trong đó việc làm giảm thiểu mức tiêu thụ điện năng là việc quan trọng nhất.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong phương pháp theo sáng chế, chất nền kim loại có thể là kim loại bất kỳ thích hợp để sử dụng làm lớp nền điện cực cho các quá trình điện hóa. Cụ thể, về chất nền kim loại cho catot để sử dụng trong các quá trình điện phân clo-kiềm và điện phân nước. Trong trường hợp này, các chất nền kim loại được sử dụng phổ biến nhất có thể được chọn từ niken, hợp kim niken, đồng và thép.

Khi sử dụng làm điện cực, lớp phủ xúc tác thường được phủ lên chất nền kim loại. Lớp phủ xúc tác của chất nền kim loại có mục đích là hoạt tính điện hóa cho các phản ứng nghiên cứu và, ví dụ, có thể bao gồm kim loại quý, hợp kim của

chúng hoặc các oxit của chúng. Kim loại quý được sử dụng phổ biến nhất có thể được chọn từ ruteni, platin, paladi, rodi hoặc hợp kim của chúng.

Ngoài kim loại quý được yêu cầu bảo hộ, lớp phủ xúc tác có thể bao gồm kim loại thuộc nhóm đất hiếm, hoặc các oxit của chúng, mà không vượt ra khỏi phạm vi của sáng chế. Kim loại được sử dụng thường xuyên nhất thuộc nhóm đất hiếm có thể được chọn từ praseodym, xeri và lantan.

Lớp phủ xúc tác đã nêu có thể được phủ lên chất nền kim loại bằng phương pháp đã biết trong lĩnh vực này, mà bao gồm, trong số những thứ khác, phương pháp galvanic hoặc phương pháp nhiệt phân, bao gồm nhiều bước, gồm các dung dịch chứa các tiền chất thích hợp của kim loại đã nêu được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 300 °C đến 600 °C. Đối với mỗi bước kết tủa lớp xúc tác, xử lý nhiệt có thời gian điển hình nằm trong khoảng từ vài phút đến vài chục phút, có xử lý nhiệt cuối tùy ý.

Hiệu năng của các kiểu điện cực này phụ thuộc vào, trong số các đặc điểm khác, sự bám dính của lớp phủ xúc tác vào chất nền kim loại, là hàm số của một loạt các đặc tính bề mặt của chất nền kim loại đã nêu và cụ thể là của độ sạch và độ nhám bề mặt.

Độ sạch của chất nền kim loại đã nêu có thể là thu được bằng phương pháp xử lý bất kỳ đã biết trong lĩnh vực này để thu được các chất nền kim loại sạch, bao gồm, trong số những thứ khác, sử dụng các dung môi cụ thể hoặc các phương pháp xử lý làm sạch cơ học.

Độ nhám, phụ thuộc vào profin độ nhám của bề mặt, là một trong các thông số ảnh hưởng đến sự bám dính của lớp phủ xúc tác vào chất nền kim loại. Nó được biểu diễn qua thông số Ra mà được định nghĩa là giá trị trung bình (tính bằng μm) của các độ lệch tuyệt đối của profin độ nhám so với đường trung bình của nó.

Theo một phương án, sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý bề mặt của ít nhất một mặt của chất nền kim loại của điện cực cho các ứng dụng điện hóa, bao gồm khắc ăn mòn axit với sự có mặt của phân cực hóa điện ở mật độ dòng điện được kiểm soát. Mật độ dòng điện là lượng dòng điện đặt lên bề mặt, được biểu diễn bằng A/dm^2 .

Quy trình sản xuất như vậy có thể có ưu điểm là dễ phủ lên chất nền có nhiều hình học như các tấm và/hoặc lưới rắn được dệt, kéo căng, đục lỗ, có thể có độ dày giảm nhiều, mà không gây ra các thay đổi căn bản cho quá trình xử lý bề mặt theo các hình học và kích thước khác nhau, như có thể xảy ra trong trường hợp của phương pháp xử lý phun cát.

Theo một phương án, xử lý bề mặt bao gồm phương pháp tạo độ nhám bề mặt của chất nền kim loại có độ dày nhỏ hơn 1,2 mm. Phương pháp đã nêu bao gồm bước (a) nhúng chất nền kim loại đã nêu, trong đó nó phải được tạo độ nhám bề mặt, trong dung dịch axit ở đầu gần của ít nhất một phần tử dẫn khác làm điện cực phụ trợ (điện cực đối, counter electrode). Dung dịch axit đã nêu đóng vai trò chất điện phân trong hệ thống điện hóa tạo ra theo cách này. Trong bước tiếp theo (b) của phương pháp theo sáng chế, hiệu điện thế được đặt giữa chất nền kim loại và ít nhất một điện cực phụ trợ sao cho mật độ dòng điện tại anot được đặt lên chất nền kim loại để thu được độ nhám mong muốn trên bề mặt của chất nền kim loại đã nêu. Chất nền kim loại đã nêu có thể bao gồm niken, đồng, hợp kim kim loại niken. Theo các phương án khác nhau, chất nền kim loại có thể ở dạng bất kỳ có thể hoàn thành mục đích của nó và có thể ở dạng lưới, ví dụ lưới co giãn được hoặc lưới dệt, hoặc tấm, ví dụ tấm đục lỗ hoặc tấm co giãn được, có độ dày nhỏ hơn 1,2 mm.

Theo một phương án, chất nền kim loại có độ dày 0,5 mm hoặc nhỏ hơn.

Theo một số phương án, chất nền kim loại có độ dày nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1,2 mm, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,02 đến 1 mm. Theo một số phương án, chất nền kim loại có độ dày nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5 mm. Theo một phương án dung dịch axit đã nêu đóng vai trò chất điện phân trong đó chất nền kim loại được nhúng được chọn từ nhóm axit vô cơ bao gồm axit clohydric, axit nitric, axit sulfuric và axit boric ở nồng độ trọng lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 40%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 30%. Theo một số phương án, chất điện phân bao gồm axit clohydric ở nồng độ trọng lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 40%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 30%.

Do đó, phương pháp theo sáng chế để xử lý bề mặt của chất nền kim loại thích hợp để sử dụng làm lớp nền điện cực trong các quá trình điện hóa bao gồm các bước sau:

- a) nhúng chất nền kim loại đã nêu và ít nhất một điện cực phụ trợ trong chất điện phân được chọn từ axit clohydric, axit nitric, axit boric hoặc axit sulfuric ở nồng độ trọng lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 40%;
- b) đặt mật độ dòng điện tại anot lên chất nền kim loại đã nêu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 30 A/dm² trong khoảng thời gian từ 0,5 đến 120 phút.

Tốt hơn là các bước (a) và (b) chỉ được áp dụng khi không có các bước can thiệp như các bước đóng rắn.

Theo một số phương án, chất điện phân không bao gồm kim loại hoặc muối kim loại bổ sung bất kỳ, như ion đồng hoặc đồng clorua, ngoại trừ lượng dư nước điện hình, và trong trường hợp bất kỳ chỉ ở nồng độ trọng lượng nhỏ hơn 1%.

Theo một phương án, ít nhất một điện cực phụ trợ đã nêu có thể ở dạng bất kỳ thích hợp để đạt được mục đích của nó; việc lựa chọn, số lượng, khoảng cách và kích thước của ít nhất một điện cực phụ trợ đã nêu phụ thuộc vào nhiều yếu tố, như ví dụ độ nhám cần tạo ra cho chất nền kim loại đã nêu hoặc kích thước và độ dày của chất nền kim loại đã nêu.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ có thể xác định các đặc điểm của ít nhất một điện cực phụ trợ đã nêu và khoảng cách tối ưu của ít nhất một điện cực phụ trợ đã nêu với chất nền kim loại đã nêu theo độ nhám tạo ra cho chất nền kim loại đã nêu.

Có lợi nếu ít nhất một điện cực phụ trợ đã nêu có thể được định cỡ và định vị theo cách sao cho có thể thu được độ nhám khác nhau trên cùng bề mặt của chất nền kim loại đã nêu.

Có lợi nếu ít nhất một điện cực phụ trợ đã nêu có thể được định cỡ và định vị theo cách sao cho có thể thu được độ nhám khác nhau trên hai mặt của chất nền kim loại đã nêu.

Có lợi nếu ít nhất một điện cực phụ trợ đã nêu có thể được định cỡ và định vị theo cách sao cho có thể thu được độ nhám trên một mặt của chất nền kim loại đã nêu.

Ngạc nhiên nhận thấy rằng việc điều chỉnh thích hợp mật độ dòng điện đã nêu cho phép tạo ra hầu hết các ưu điểm của sáng chế như trong các trường hợp

trong đó chất nền kim loại đã nêu có độ dày bằng hoặc nhỏ hơn 0,1 mm, tạo ra profin độ nhám đồng nhất đủ để đảm bảo việc neo tối ưu lớp phủ xúc tác.

Theo các phương án minh họa, chất nền kim loại và ít nhất một điện cực phụ trợ được ghép nối với nguồn điện. Nguồn điện đã nêu được cấu hình để đặt mật độ dòng điện tại anot nằm trong khoảng từ 0,1 đến 30 A/dm² lên chất nền kim loại đã nêu để làm nhám bề mặt của nó. Theo một phương án, mật độ dòng điện tại anot nằm trong khoảng từ 5 đến 10 A/dm².

Mật độ dòng điện, thời gian đặt nó và nhiệt độ của chất điện phân là các thông số có thể được thay đổi để thu được độ nhám mong muốn.

Các tác giả sáng chế ngạc nhiên nhận thấy rằng mật độ dòng điện tại anot đã nêu có thể được đặt trong thời gian bằng hoặc nhỏ hơn 120 phút cho phép thu được độ hụt khối điển hình, nhỏ hơn 10%, tương ứng với độ nhám bề mặt của lưới kim loại có độ dày bằng hoặc nhỏ hơn 1,2 mm. Theo một phương án, thời gian đặt mật độ dòng điện tại anot đã nêu là bằng hoặc nhỏ hơn 60 phút, tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 30 phút. Theo một phương án, thời gian đặt mật độ dòng điện tại anot đã nêu nằm trong khoảng từ 2 đến 10 phút, ví dụ, mật độ dòng điện tại anot nằm trong khoảng từ 5 đến 10 A/dm² có thể được đặt trong thời gian từ 2 đến 10 phút.

Kết quả này là đặc biệt quan trọng khi chất nền kim loại cần làm nhám là bề mặt kim loại mỏng, ví dụ có độ dày 0,5 mm hoặc nhỏ hơn. Như đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, kiểu chất nền kim loại này không thể dùng cho xử lý bề mặt, cần thiết để đảm bảo sự bám dính tốt nhất của lớp xúc tác, bằng cách phun cát, do năng lượng của vòi phun cát nén có thể gây biến dạng nghiêm trọng chất nền kim loại đã nêu mà có thể còn gia tăng trong trường hợp của xử lý nhiệt liên quan đến việc phủ lớp phủ xúc tác.

Khi điện áp được đặt giữa chất nền kim loại và ít nhất một điện cực phụ trợ, dòng điện chạy giữa chất nền kim loại và ít nhất một điện cực phụ trợ qua chất điện phân. Các ion dương và ion âm của chất điện phân được tách ra và được hút vào chất nền kim loại và bởi ít nhất một điện cực phụ trợ có cực tính đối nghịch với các ion này. Các ion dương được hút vào ít nhất một điện cực phụ trợ mà đóng vai trò catot và các ion âm được hút vào chất nền kim loại mà đóng vai trò anot trong hệ thống điện hóa được mô tả trong bản mô tả này, oxy hóa với kết quả là ăn mòn bề

mặt của nó. Kết quả là, tạo ra lớp nhám đồng nhất trên bề mặt của chất nền kim loại. Quá trình này cần vài phút để có độ hạt khối tương ứng với độ nhám bề mặt. Độ hạt khối, được biểu diễn dưới dạng tỷ lệ phần trăm so với giá trị trọng lượng ban đầu, thường được sử dụng làm chỉ số tạo độ nhám bề mặt do việc lấy đi vật liệu bề mặt khỏi chất nền kim loại.

Theo một phương, án mật độ dòng điện đặt tại anot nằm trong khoảng từ 5 đến 10 A/dm²; mật độ dòng điện tại anot trong khoảng giá trị này có ưu điểm là cho phép thu được trong thời gian giới hạn vài phút, và trong trường hợp bất kỳ nhỏ hơn 10 phút, độ hạt khối điển hình, nằm trong khoảng từ 3 đến 6%, tương ứng với độ nhám bề mặt của lưới kim loại có độ dày nhỏ hơn 1 mm. Nhờ tốc độ cao của xử lý bề mặt tương tự, các quá trình nhanh và liên tục có thể được phát triển mà có thể dẫn đến hiệu quả quá trình sản xuất lớn hơn.

Theo phương án khác, sáng chế đề cập đến điện cực cho các ứng dụng điện hóa công nghiệp bao gồm chất nền kim loại và lớp phủ xúc tác, chất nền kim loại đã nêu là lưới hoặc tấm có profin độ nhám được kiểm soát được tạo ra bằng xử lý khắc ăn mòn axit với sự có mặt của phân cực hóa theo phương pháp được mô tả trên đây và có lớp phủ xúc tác bao gồm một hoặc nhiều kim loại quý, hợp kim của chúng hoặc các oxit của chúng và/hoặc một hoặc nhiều kim loại thuộc nhóm đất hiếm hoặc các oxit của chúng.

Theo một số phương án, nhiệt độ của chất điện phân có thể thay đổi nằm trong khoảng từ 15 đến 40 °C.

Theo phương án khác, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất điện cực để thoát khí trong các quá trình điện hóa, bao gồm các bước xử lý chất nền kim loại bằng phương pháp được mô tả trên đây và phủ lớp phủ xúc tác bao gồm một hoặc nhiều kim loại quý hoặc hợp kim hoặc các oxit của chúng và/hoặc một hoặc nhiều kim loại thuộc nhóm đất hiếm hoặc các oxit của chúng, lên chất nền kim loại đã xử lý đã nêu.

Theo phương án khác, sáng chế đề cập đến điện cực cho các ứng dụng điện hóa công nghiệp bao gồm chất nền kim loại và lớp phủ xúc tác, chất nền kim loại đã nêu là lưới hoặc tấm có profin độ nhám được kiểm soát được tạo ra bằng xử lý khắc ăn mòn axit với sự có mặt của phân cực hóa theo phương pháp được mô tả trên đây

và có lớp phủ xúc tác bao gồm một hoặc nhiều kim loại quý được chọn từ ruteni, platin, paladi, rodi hoặc hợp kim của chúng hoặc các oxit của chúng và/hoặc một hoặc nhiều kim loại thuộc nhóm đất hiếm đã chọn giữa praseodym, xeri, lantan hoặc các oxit của chúng. Phương pháp xử lý chất nền kim loại theo sáng chế tạo ra chất nền kim loại có bề mặt nhám với độ đồng nhất cao về profin độ nhám. Điện hình, độ đồng nhất về profin độ nhám được biểu diễn dưới dạng độ lệch bình phương trung bình của các trị số Ra nhỏ hơn 25% ($\sigma < 25\%$), tốt hơn là nhỏ hơn 20% là đạt được. Phương pháp xử lý bề mặt điện hình tạo ra chất nền có độ hụt khối nằm trong khoảng từ 3 đến 6% (được tính bằng hiệu số trọng lượng của chất nền trước và sau xử lý chia cho trọng lượng của chất nền trước xử lý nhân 100%).

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến điện cực cho các ứng dụng điện hóa công nghiệp bao gồm chất nền kim loại và lớp phủ xúc tác, chất nền kim loại đã nêu là lưới hoặc tấm được tạo ra có profin độ nhám được kiểm soát, khác nhau ở hai mặt của chất nền đã nêu, được tạo ra bằng xử lý khắc ăn mòn axit với sự có mặt của phân cực hóa theo phương pháp được mô tả trên đây.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến điện cực cho các ứng dụng điện hóa công nghiệp bao gồm chất nền kim loại và lớp phủ xúc tác, chất nền kim loại đã nêu là lưới hoặc tấm có độ dày bằng hoặc nhỏ hơn 1,2 mm và được tạo ra có độ nhám khác nhau trên trên cùng bề mặt của chất nền đã nêu, được tạo ra bằng xử lý khắc ăn mòn axit với sự có mặt của phân cực hóa theo phương pháp được mô tả trên đây.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến điện cực cho các ứng dụng điện hóa công nghiệp bao gồm chất nền kim loại và lớp phủ xúc tác, chất nền kim loại đã nêu là lưới hoặc tấm có độ dày bằng hoặc nhỏ hơn 0,1 mm và được tạo ra có profin độ nhám được kiểm soát được tạo ra bằng xử lý khắc ăn mòn axit với sự có mặt của phân cực hóa theo phương pháp được mô tả trên đây và có lớp phủ xúc tác bao gồm một hoặc nhiều kim loại quý hoặc hợp kim của chúng hoặc các oxit của chúng và/hoặc một hoặc nhiều kim loại thuộc nhóm đất hiếm hoặc các oxit của chúng.

Theo một phương án, phương pháp điều chế chất nền kim loại đã nêu có thể bao gồm bước bổ sung (c), sau bước (b), được thể hiện bằng sự kết tủa điện phân của niken trực tiếp trên chất nền kim loại qua phân cực hóa catot. Phương án đã nêu

bao gồm thêm vào chất điện phân đã nêu muối niken ở nồng độ trọng lượng nằm trong khoảng từ 100 đến 300 g/l và sau đó đặt mật độ dòng điện tại catot lên chất nền kim loại đã nêu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3 A/dm² trong khoảng thời gian từ 0,5 đến 120 phút ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15 đến 70 °C.

Bước bổ sung đã nêu (c) có thể góp phần gia tăng diện tích bề mặt của chất nền kim loại đã nêu qua sự kết tủa điện phân niken mà có thể đóng vai trò tạo ra các đặc tính riêng, ví dụ, cải thiện hơn nữa độ dẫn điện và/hoặc hoạt tính xúc tác của lớp phủ, ức chế các phản ứng phụ không mong muốn hoặc cải thiện tính ổn định vật lý hoặc hóa học của lớp phủ.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến bình điện phân để điện phân nước hoặc để điện phân dung dịch kiềm clorua bao gồm buồng anot và buồng catot, ngăn cách bởi màng trao đổi ion hoặc màng ngăn trong đó buồng catot được trang bị catot để thoát khí hydro có chất nền kim loại thu được bằng phương pháp sáng chế.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến thiết bị điện phân để sản xuất clo và chất kiềm bắt đầu từ nước muối kiềm, bao gồm tổ hợp mô đun các bình điện phân với các buồng anot và catot ngăn cách bởi màng trao đổi ion hoặc màng ngăn, trong đó buồng catot bao gồm catot có chất nền kim loại thu được bằng phương pháp sáng chế.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến thiết bị điện phân để sản xuất hydro bằng cách điện phân nước bao gồm buồng anot và buồng catot ngăn cách bởi màng ngăn trong đó buồng catot được trang bị catot để thoát khí hydro có chất nền kim loại thu được bằng phương pháp sáng chế.

Các ví dụ sau được bao gồm để chứng minh các phương án cụ thể của sáng chế, tính khả thi của chúng được xác nhận bao quát trong khoảng giá trị được yêu cầu bảo hộ. Sẽ hiển nhiên đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này rằng các hợp phần và kỹ thuật được mô tả trong các ví dụ sau thể hiện các hợp phần và kỹ thuật mà trong đó các tác giả sáng chế đã phát hiện ra là hoạt động tốt trong việc thực hiện sáng chế; tuy nhiên, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ cũng thấy rằng nhờ bản mô tả này, các thay đổi có thể được tạo ra đối với các phương án đã mô tả, vẫn cho các kết quả giống hệt hoặc tương tự mà không vượt ra khỏi phạm vi của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Lưới niken có kích thước 100 mm X 100 mm X 0,89 mm được rửa và tẩy nhờn bằng axeton theo quy trình chuẩn, sau đó được xử lý bề mặt bằng cách nhúng trong dung dịch HCl 20% ở nhiệt độ trong phòng gần với điện cực phụ trợ niken.

Mật độ dòng điện tại anot tương đương với 10 A/m² được đặt lên lưới niken trong 1,7 phút.

Khi kết thúc xử lý, độ hút khối được xác nhận và độ nhám được đo ở các thời điểm khác nhau của lưới.

Lưới thu được theo cách này được ký hiệu là mẫu E1.

Ví dụ 2

Lưới niken có kích thước 100 mm X 100 mm X 0,89 mm được rửa và tẩy nhờn bằng axeton theo quy trình chuẩn, sau đó được xử lý bề mặt bằng cách nhúng trong dung dịch HCl 20% ở nhiệt độ trong phòng gần với điện cực phụ trợ niken.

Mật độ dòng điện tại anot tương đương với 5 A/m² được đặt lên lưới niken trong 3,3 phút.

Khi kết thúc xử lý, độ hút khối được xác nhận và độ nhám được đo ở các thời điểm khác nhau của lưới.

Lưới thu được theo cách này được ký hiệu là mẫu E2.

Ví dụ 3

Lưới niken có kích thước 100 mm X 100 mm X 0,89 mm được rửa và tẩy nhờn bằng axeton theo quy trình chuẩn, sau đó được xử lý bề mặt bằng cách nhúng trong dung dịch HCl 10% ở nhiệt độ trong phòng gần với niken điện cực phụ trợ. Mật độ dòng điện tại anot tương đương với 12 A/m² được đặt lên lưới niken trong 1,6 phút.

Khi kết thúc xử lý, độ hút khối được xác nhận và độ nhám được đo ở các thời điểm khác nhau của lưới.

Lưới thu được theo cách này được ký hiệu là mẫu E3.

Ví dụ 4

Lưới niken có kích thước 100 mm x 100 mm x 0,89 mm được rửa và tẩy nhờn bằng axeton theo quy trình chuẩn, sau đó được xử lý bề mặt bằng cách nhúng trong dung dịch HCl 20% ở nhiệt độ trong phòng gần với niken điện cực phụ trợ. Mật độ dòng điện tại anot tương đương với 1,5 A/m² được đặt lên lưới niken trong 6 phút.

Sau đó nó được phủ bằng 5 lần phủ dung dịch nước chứa Pt, Pr và Pd có xử lý nhiệt 15 phút ở 450 °C sau mỗi lần phủ cho đến khi thu được lớp phủ gồm 1,90 g/m² Pt, 1,24 g/m² Pd và 3,17 g/m² Pr.

Trên lớp xúc tác thu được theo cách này 4 lần phủ dung dịch thứ hai chứa Pt, Pr và Pd được áp dụng theo tỷ lệ khác so với dung dịch thứ nhất có xử lý nhiệt 15 phút ở 450 °C sau mỗi lần phủ cho đến khi thu được lớp phủ gồm 1,77 g/m² Pt, 1,18 g/m² Pd và 1,59 g/m² Pr.

Điện cực thu được theo cách này được ký hiệu là mẫu E4.

Ví dụ 5

Lưới niken có kích thước 100 mm x 100 mm x 0,89 mm được rửa và tẩy nhờn bằng axeton theo quy trình chuẩn, sau đó được xử lý bề mặt bằng cách nhúng trong dung dịch HCl 20% ở nhiệt độ trong phòng gần với niken điện cực phụ trợ. Mật độ dòng điện tại anot tương đương với 1,5 A/m² được đặt lên lưới niken trong 3 phút.

Lưới niken sau đó được xử lý kết tủa điện niken sau khi thêm NiCl₂, ở nồng độ 190 g/l, vào dung dịch HCl 20%. Mật độ dòng điện tại catot tương đương với 1,5 A/m² được đặt lên lưới niken trong 13 phút.

Lưới niken thu được theo cách này được phủ bằng 5 lần phủ dung dịch nước chứa Pt, Pr và Pd có xử lý nhiệt 15 phút ở 450 °C sau mỗi lần phủ cho đến khi thu được lớp phủ gồm 1,90 g/m² Pt, 1,24 g/m² Pd và 3,17 g/m² Pr.

Trên lớp xúc tác thu được theo cách này 4 lần phủ dung dịch thứ hai chứa Pt, Pr và Pd được áp dụng theo tỷ lệ khác so với dung dịch thứ nhất có xử lý nhiệt 15

phút ở 450 °C sau mỗi lần phủ cho đến khi thu được lớp phủ gồm 1,77 g/m² Pt, 1,18 g/m² Pd và 1,59 g/m² Pr.

Điện cực thu được theo cách này được ký hiệu là mẫu E5.

Ví dụ so sánh 1

Lưới niken có kích thước 100 mm X 100 mm X 0,89 mm được rửa và tẩy nhờn bằng axeton theo quy trình chuẩn, sau đó được cho qua quy trình phun cát với corundum và khắc ăn mòn trong HCl 20% ở nhiệt độ trong phòng trong 1100 phút.

Khi kết thúc xử lý, độ hút khối được xác nhận và độ nhám được đo ở các thời điểm khác nhau của lưới.

Lưới thu được theo cách này được ký hiệu là mẫu CE1.

Ví dụ so sánh 2

Lưới niken có kích thước 100 mm X 100 mm X 0,89 mm được rửa và tẩy nhờn bằng axeton theo quy trình chuẩn, sau đó được cho qua quy trình phun cát với corundum và khắc ăn mòn trong HCl 20% ở nhiệt độ 60 °C trong 40 phút.

Khi kết thúc xử lý, độ hút khối được xác nhận và độ nhám được đo ở các thời điểm khác nhau của lưới.

Lưới thu được theo cách này được ký hiệu là mẫu CE2.

Ví dụ so sánh 3

Lưới niken có kích thước 100 mm X 100 mm X 0,89 mm được rửa và tẩy nhờn bằng axeton theo quy trình chuẩn, sau đó được cho qua quy trình phun cát với corundum và khắc ăn mòn trong HNO₃ 21% ở nhiệt độ trong phòng trong 15 phút.

Khi kết thúc xử lý, độ hút khối được xác nhận và độ nhám được đo ở các thời điểm khác nhau của lưới.

Lưới thu được theo cách này được ký hiệu là mẫu CE3.

Ví dụ so sánh 4

Lưới niken có kích thước 100 mm x 100 mm x 0,89 mm được cho qua quy trình khắc ăn mòn trong HCl 20% ở nhiệt độ 60 °C trong 5 phút.

Sau đó lưới được phủ bằng 5 lần phủ dung dịch nước chứa Pt, Pr và Pd có xử lý nhiệt 15 phút ở 450 °C sau mỗi lần phủ cho đến khi thu được lớp phủ gồm 1,90 g/m² Pt, 1,24 g/m² Pd và 3,17 g/m² Pr.

Trên lớp xúc tác thu được theo cách này 4 lần phủ dung dịch thứ hai chứa Pt, Pr và Pd được áp dụng theo tỷ lệ khác so với dung dịch thứ nhất có xử lý nhiệt 15 phút ở 450 °C sau mỗi lần phủ cho đến khi thu được lớp phủ gồm 1,77 g/m² Pt, 1,18 g/m² Pd và 1,59 g/m² Pr.

Điện cực thu được theo cách này được ký hiệu là mẫu CE4.

Ví dụ so sánh 5

Lưới niken có kích thước 100 mm x 100 mm x 0,89 mm được cho qua quy trình phun cát với corundum, khắc ăn mòn trong HCl 20% ở nhiệt độ trong phòng và giảm ứng suất bằng xử lý nhiệt theo quy trình đã biết trong lĩnh vực này. Sau đó lưới được phủ bằng 5 lần phủ dung dịch nước chứa Pt, Pr và Pd có xử lý nhiệt 15 phút ở 450 °C sau mỗi lần phủ cho đến khi thu được lớp phủ gồm 1,90 g/m² Pt, 1,24 g/m² Pd và 3,17 g/m² Pr.

Trên lớp xúc tác thu được theo cách này 4 lần phủ dung dịch thứ hai chứa Pt, Pr và Pd được áp dụng theo tỷ lệ khác so với dung dịch thứ nhất có xử lý nhiệt 15 phút ở 450 °C sau mỗi lần phủ cho đến khi thu được lớp phủ gồm 1,77 g/m² Pt, 1,18 g/m² Pd và 1,59 g/m² Pr.

Điện cực thu được theo cách này được ký hiệu là mẫu CE5. Bảng 1 thông báo kết quả của các thử nghiệm được thực hiện để đánh giá thời gian cần để đạt được độ hút khối nằm trong khoảng từ 3 đến 6% của chất nền kim loại; độ đồng nhất về profin độ nhám cũng được đo, được biểu diễn dưới dạng độ lệch bình phương trung bình theo % (% σ) của các trị số Ra đo được ở các thời điểm khác nhau của lưới niken.

Bảng 1:

	Độ hút khối %	Phút	% σ
E1	4,46%	1,7	<25%

E2	4,46%	3,3	<25%
E3	4,46%	1,6	< 25%
CE1	4,46%	1100	>30%
CE2	4,46%	40	>40%
CE3	4,46%	15	>30%

Các mẫu của ví dụ E5 và ví dụ so sánh CE5 được mô tả trên đây được thử hiệu năng, trong điều kiện thoát khí hydro, trong bình thí nghiệm được cấp NaOH 32% ở nhiệt độ 90 °C, hơn thế nữa chúng sau đó được thử bằng phương pháp quét thế tuần hoàn trong giới hạn điện áp từ -1 đến +0,5 V/NHE với tốc độ quét 10 mV/s.

Bảng 2 thông báo điện áp catot ban đầu và điện áp catot sau 25 chu kỳ của phương pháp quét thế tuần hoàn (25 CV), là chỉ số chống nghịch thế và do đó là chỉ số độ bền, đo ở mật độ dòng điện 3 kA/m².

Bảng 2:

	mV vs NHE	mV vs NHE (25CV)
E5	916	934
CE5	922	971

Phần mô tả trên đây không dự tính giới hạn sáng chế, mà có thể được sử dụng theo các phương án khác nhau mà không đi chệch các mục đích và phạm vi của nó chỉ được xác định bởi yêu cầu bảo hộ đi kèm.

Trong phần mô tả và yêu cầu bảo hộ của sáng chế, thuật ngữ "bao gồm" và "chứa" và các biến thể của chúng không dự tính loại trừ sự có mặt của các phần tử, các thành phần hoặc các bước quá trình bổ sung khác.

Bàn luận về các tài liệu, bản ghi, vật liệu, thiết bị, vật phẩm và dạng tương tự được bao gồm trong bản mô tả này chỉ nhằm cung cấp ngữ cảnh cho sáng chế. Tuy nhiên, không được hiểu rằng vấn đề này hoặc phần của nó cấu thành hiểu biết chung trong lĩnh vực liên quan đến sáng chế trước ngày ưu tiên của mỗi yêu cầu bảo hộ đi kèm đơn này.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp xử lý bề mặt của chất nền kim loại được chọn từ niken hoặc hợp kim niken, thích hợp để sử dụng làm lớp nền điện cực trong các quá trình điện hóa, bao gồm các bước sau:
 - (a) nhúng chất nền kim loại đã nêu và ít nhất một điện cực phụ trợ trong chất điện phân được chọn từ axit clohydric, axit nitric, axit boric hoặc axit sulfuric ở nồng độ trọng lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 40%;
 - (b) đặt mật độ dòng điện tại anot lên chất nền kim loại đã nêu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 30 A/dm² trong khoảng thời gian từ 0,5 đến 120 phút.
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất nền kim loại đã nêu là lưới hoặc tấm đục lỗ hoặc tấm co giãn được.
3. Phương pháp theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó chất nền kim loại đã nêu có độ dày nhỏ hơn 1,2 mm.
4. Phương pháp theo điểm 3, trong đó chất nền kim loại đã nêu có độ dày bằng hoặc nhỏ hơn 0,5 mm.
5. Phương pháp theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó mật độ dòng điện đặt tại anot nằm trong khoảng từ 5 đến 10 A/dm².
6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó thời gian đặt mật độ dòng điện tại anot nằm trong khoảng từ 2 đến 10 phút.
7. Phương pháp theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó nồng độ trọng lượng của chất điện phân đã nêu nằm trong khoảng từ 15 đến 30%.
8. Phương pháp theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó chất nền kim loại là niken hoặc hợp kim niken bao gồm bước bổ sung (c) sau bước (b) là sự kết tủa điện phân niken bao gồm thêm vào chất điện phân đã nêu muối niken ở nồng độ trọng lượng nằm trong khoảng từ 150 đến 300 g/l và sau đó đặt mật độ dòng điện tại catot

lên chất nền kim loại đã nêu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3 A/dm² trong khoảng thời gian từ 0,5 đến 120 phút ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15 đến 70 °C.

9. Phương pháp sản xuất điện cực để thoát khí trong các quá trình điện hóa, bao gồm các bước sau:

xử lý chất nền kim loại bằng phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, và

phủ lớp phủ xúc tác bao gồm một hoặc nhiều kim loại quý hoặc hợp kim hoặc các oxit của chúng và/hoặc một hoặc nhiều kim loại thuộc nhóm đất hiếm hoặc các oxit của chúng, lên chất nền kim loại đã xử lý đã nêu.

10. Điện cực để thoát khí trong các quá trình điện hóa bao gồm chất nền kim loại, được chọn từ niken hoặc hợp kim niken, điều chế được theo phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, chất nền kim loại đã nêu có độ đồng nhất về profin độ nhám, được biểu diễn dưới dạng độ lệch bình phương trung bình của các trị số Ra, nhỏ hơn 25%, và lớp phủ xúc tác bao gồm một hoặc nhiều kim loại quý hoặc hợp kim hoặc các oxit của chúng và/hoặc một hoặc nhiều kim loại thuộc nhóm đất hiếm hoặc các oxit của chúng.

11. Điện cực để thoát khí trong các quá trình điện hóa bao gồm chất nền kim loại, được chọn từ niken hoặc hợp kim niken, điều chế được theo phương pháp theo điểm 8, bao gồm lớp niken kết tủa điện phân trực tiếp trên chất nền kim loại và lớp phủ xúc tác bao gồm một hoặc nhiều kim loại hoặc hợp kim hoặc các oxit của chúng và/hoặc một hoặc nhiều kim loại thuộc nhóm đất hiếm hoặc các oxit của chúng.

12. Bình điện phân để điện phân nước hoặc để điện phân dung dịch kiềm clorua bao gồm buồng anot và buồng catot ngăn cách bởi màng trao đổi ion hoặc bởi màng ngăn, trong đó buồng catot được trang bị điện cực theo điểm 10 hoặc 11.