

(19)



**Europäisches Patentamt**  
**European Patent Office**  
**Office européen des brevets**

(11)

Veröffentlichungsnummer: **0 146 732**  
**B1**

(12)

## **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45)

Veröffentlichungstag der Patentschrift:  
**03.02.88**

(51)

Int. Cl. 4: **C 25 C 7/00, C 23 F 1/46,**  
**C 25 C 7/06**

(21)

Anmeldenummer: **84113215.2**

(22)

Anmeldetag: **02.11.84**

(54)

**Arbeitsverfahren und Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens zur Abscheidung von z.B. Kupfer aus flüssigen Elektrolyten, der durch einen mehrzelligen Elektrolysebehälter geführt wird.**

(30)

Priorität: **08.11.83 DE 3340360**  
**15.06.84 DE 3422276**

(73)

Patentinhaber: **Holzer, Walter, Dipl.- Ing.,**  
**Drosteweg 19, D-7758 Meersburg (DE)**

(43)

Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**03.07.85 Patentblatt 85/27**

(72)

Erfinder: **Holzer, Walter, Dipl.- Ing., Drosteweg 19,**  
**D-7758 Meersburg (DE)**

(45)

Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**03.02.88 Patentblatt 88/5**

(74)

Vertreter: **Riebling, Peter, Dr.- Ing., Patentanwälte**  
**Dr.- Ing., Dipl.- Ing., Ing.(grad.) Günter Riebling**  
**Dr.- Ing., Dipl.- Ing. Peter Riebling Rennerle 10**  
**Postfach 3160, D-8990 Lindau (DE)**

(84)

Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE**

(56)

Entgegenhaltungen:  
**FR-A-2 128 796**  
**US-A-3 558 466**  
**US-A-3 682 809**  
**US-A-4 023 022**

**EP 0 146 732 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Arbeitsverfahren zur Abscheidung von Kupfer aus einem als Ätzflüssigkeit dienenden flüssigen Elektrolyten durch Führung des Flüssigkeitsstromes dosiert durch einen Einlaß in einen mehrzelligen Elektrolysebehälter, aus dem er nach Abscheidung des Kupfers aus einem Auslaß austritt, wobei der Flüssigkeitsstrom vor einem unter dem Flüssigkeitsspiegel des Elektrolysebehälters liegenden Einlaß eine vom Flüssigkeitsstrom gebildete Flüssigkeitsvorlage in einem Flüssigkeits-Pufferbehälter durchläuft, um mit gleichmäßiger Verteilung die einzelnen Zellen des Elektrolysebehälters zu durchströmen. Die Erfindung bezieht sich weiter auf eine Vorrichtung zur Abscheidung von Kupfer aus einem als Ätzflüssigkeit dienenden flüssigen Elektrolyten unter Verwendung eines mehrzelligen Elektrolysebehälters mit unter dem auszubildenden Flüssigkeitsspiegel im Elektrolysebehälter liegenden Einlaß zum Eintritt des flüssigen Elektrolyten und Auslaß zur Abführung des Elektrolyten sowie einem vor dem Einlaß liegenden Pufferbehälter, der durch eine parallel zur Einlaßseite des Elektrolysebehälters angeordnete Zwischenwand gebildet wird, deren Unterkante und Seitenkanten flüssigkeitsdicht mit dem Elektrolysebehälter nach Art einer Trennwand verbunden sind, wobei die Zwischenwand ggf. mit Einlaßöffnungen versehen ist.

Bei Elektrolyseanlagen, die in einem gemeinsamen Behälter eine Mehrzahl von elektrisch hintereinander geschalteten Anoden- bzw. Kathodenplatten besitzen, hat die gleichmäßige Zuführung bzw. Durchströmung der einzelnen Zellen größte Bedeutung. Aus den US-A-3 682 809, US-A-3 558 466 und US-A-4 023 022 sind Verfahren und Vorrichtungen zur Abscheidung von Kupfer aus Elektrolyten bekannt, bei denen der Elektrolyt gleichmäßig durch einen mehrzelligen Elektrolysebehälter geführt wird, indem der Flüssigkeitsstrom vor Eintritt in den Elektrolysebehälter eine vom Flüssigkeitsstrom gebildete Flüssigkeitsvorlage in einem Flüssigkeits-Pufferbehälter durchläuft. Durch die gleichmäßige Abscheidung von Kupfer aus dem flüssigen Elektrolyten an den Elektroden kann man dann das abgeschiedene Kupfer sofort wieder weiter im Ätzverfahren verwenden. Es ist also hier ein Recycling-Verfahren, welches unter anderem hier erreicht werden soll.

Bei einer dieser bekannten Vorrichtungen befand sich ein Sensor in der Ätzflüssigkeit, die laufend umgewälzt wird. Selbst, wenn man den Sensor in strömungsberuhigte Stellen des Ätzbehälters bringt, ist das Meßergebnis noch so ungenau, daß der Erfindungszweck, nämlich eine optimale Ätzgeschwindigkeit zu erhalten, nicht erreicht wird. Durch das Tauchen von Leiterplatten in die Ätzflüssigkeit ändert sich deren physikalische und chemische Zusammensetzung. Es hat sich herausgestellt,

daß gewisse Parameter der chemischen und/oder physikalischen Beschaffenheit der Ätzflüssigkeit vorhanden sein müssen, um eine optimale Ätzgeschwindigkeit zu haben. Bei dem vorliegenden Verfahren handelt es sich um eine umweltfreundliche Ätzung, d.h. die Ätzflüssigkeit wird laufend umgewälzt. Sie wird nicht ausgewechselt, wie bei bekannten Verfahren, wenn sie verbraucht ist, sondern wird regeneriert oder erhält auch Zusätze, die es gewährleisten, daß immer eine optimale Ätzgeschwindigkeit vorhanden ist.

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ausgehend von einer absolut gleichmäßigen Verteilung des flüssigen Elektrolyten auf die Elektroden, das Arbeitsverfahren so zu leiten und die Vorrichtung so auszubilden, daß der als Ätzflüssigkeit dienende flüssige Elektrolyt im Hinblick auf seine chemischen Eigenschaften optimal eingestellt wird.

Die Lösung dieser Aufgabe besteht darin, daß ausgehend von den bekannten Arbeitsverfahren zur Abscheidung von Kupfer aus einem flüssigen Elektrolyten durch Führung des Flüssigkeitsstromes, dosiert durch einen Einlaß in einen mehrzelligen Elektrolysebehälter, aus dem er nach Abscheidung des Kupfers aus einem Auslaß austritt, wobei der Flüssigkeitsstrom vor einem unter dem Flüssigkeitsspiegel des Elektrolysebehälters liegenden Einlaß eine vom Flüssigkeitsstrom gebildete Flüssigkeitsvorlage in einem Flüssigkeits-Pufferbehälter durchläuft, um mit gleichmäßiger Verteilung die einzelnen Zellen des Elektrolysebehälters zu durchströmen, nun gemäß der Erfindung ein zum Einstellen der Ätzflüssigkeit dienender Sensor in einem Bypass zu einer Umlaufleitung der Ätzflüssigkeit zwischen einem Ätzbehälter und der Elektrolysezelle angeordnet ist, der in einstellbaren, zeitlichen Abständen über ein Ventil mit der Umlaufleitung verbunden wird, wobei eine Schaltphase des Sensors bei geschlossenem Ventil, d.h. bei ruhender Ätzflüssigkeit, stattfindet.

Die Vorrichtung zur Abscheidung von Kupfer aus einem als Ätzflüssigkeit dienenden flüssigen Elektrolyten unter Verwendung eines mehrzelligen Elektrolysebehälters mit unter dem auszubildenden Flüssigkeitsspiegel im Elektrolysebehälter liegenden Einlaß zum Eintritt des flüssigen Elektrolyten und Auslaß zur Abführung des Elektrolyten sowie einem vor dem Einlaß liegenden Pufferbehälter, der durch eine parallel zur Einlaßseite des Elektrolysebehälters angeordnete Zwischenwand gebildet wird, deren Unterkante und Seitenkanten flüssigkeitsdicht mit dem Elektrolysebehälter nach Art einer Trennwand verbunden sind, wobei die Zwischenwand ggf. mit Einlaßöffnungen versehen ist, ist dadurch gekennzeichnet, daß zum Einstellen der Ätzflüssigkeit ein Sensor in einem Bypass zu einer Umlaufleitung der Ätzflüssigkeit zwischen einem Ätzbehälter und der Elektrolysezelle angeordnet ist, der über ein Ventil mit der Umlaufleitung in einstellbaren

zeitlichen Abständen verbindbar ist.

In dem neuen Verfahren gelangt der flüssige Elektrolyt über eine Flüssigkeitsvorlage in den Behälter. Durch diese Flüssigkeitsvorlage wird erreicht, daß eine ganz gleichmäßige Beaufschlagung der Elektroden durch den flüssigen Elektrolyten erfolgt. Nachdem die Geschwindigkeit des Flüssigkeitsstromes vom Einlaß zum Auslaß hin sehr gering ist, ist es gerade bei diesen geringen Strömungsgeschwindigkeiten wichtig, auf der Einlaßseite die Zuführung des Flüssigkeitsstromes ganz gleichmäßig durchzuführen und analog auch auf der Auslaßseite den Flüssigkeitsstrom wieder gleichmäßig abzuführen, damit jeder Quadratmillimeter der Platten- und das sind meistens sehr viele in einem solchen Behälter - gleichmäßig vom Flüssigkeitsstrom beaufschlagt wird bzw. dann ein sehr gleichmäßiger Niederschlag erfolgt. Die genaue strömungsunabhängige Messung und Einstellung der Ätzflüssigkeit erfolgt durch einen Sensor, der in einem Bypass zur Umlaufleitung der Ätzflüssigkeit zwischen Ätzbehälter und Elektrolysezelle angeordnet ist und in einstellbaren, zeitlichen Abständen über ein Ventil mit der Umlaufleitung verbunden ist, wobei die Schaltphase des Sensors bei geschlossenem Ventil, d.h. im Bypass beim Ruhen der Ätzflüssigkeit, stattfindet.

Man mißt also nicht mehr laufend, wie das bei derartigen Vorgängen üblich war, sondern in zeitlichen Abständen. Die zeitlichen Abstände ergeben sich dadurch, daß man der Meßflüssigkeit eine Probe entnimmt, die man in einen Meßbehälter überführt und dann im ruhenden Zustand diese Flüssigkeit strömungsunabhängig sehr genau messen kann. Abhängig von diesem Meßergebnis wird dann die Ätzflüssigkeit regeneriert bzw. durch Zusätze so weit verändert, bis eine optimale Ätzgeschwindigkeit vorhanden ist.

Eine Ausführung nach der Erfindung besteht darin, daß der Sensor ein an sich bekannter Schwimmer mit induktivem bzw. kapazitivem Abgriff ist.

Zweckmäßig ist es ferner, daß sich der Sensor in einem in der Bypassleitung angeordneten Überlaufgefäß befindet.

Dieses Überlaufgefäß gewährleistet, daß die Menge der Probeflüssigkeit immer genau konstant bleibt.

Zweckmäßig ist, das Ventil im Zulauf zum Überlaufgefäß anzuordnen.

Um einen automatischen Betrieb zu gewährleisten, ist es wichtig, daß das Ventil ein elektromagnetisches Ventil ist, dessen Offen- und Schließstellung programmgesteuert ist.

Bei einer bevorzugten Ausführung, bei welcher der Kupfergehalt in der Ätzflüssigkeit auf ein bestimmtes Maß eingestellt wird, ist es wichtig, daß der Sensor, z. B. über einen Verstärker, die Stromzufuhr der Elektrolysezelle schaltet.

Die Elektrolysezelle dient der

Kupferabscheidung, und je nach einem eingestellten Wert ist man dann in der Lage, der Ätzflüssigkeit ein bestimmtes spezifisches Gewicht entsprechend einem bestimmten Kupfergehalt zuzuordnen.

Eine andere Möglichkeit besteht darin, daß der Sensor, z. B. über ein Ventil und einen Verstärker, die Flüssigkeitszufuhr zur Elektrolysezelle regelt.

Will man nicht nur durch eine zu schaltende Elektrolysezelle den Kupfergehalt einstellen, sondern wählt man andere Bezugsgrößen, die man zur Erreichung einer optimalen Ätzgeschwindigkeit einstellen will, dann ergibt sich ein Arbeitsverfahren zum Ätzen von Leiterplatten dadurch, daß die Ätzflüssigkeit im Ätzbehälter laufend überwacht wird; die Lehre der Erfindung besteht dann darin, daß durch Zusätze - abhängig von der Zahl der Ätzungen - die Ätzflüssigkeit in zeitlichen Abständen ergänzt wird, bis eine optimale Ätzgeschwindigkeit erreicht ist. Das Arbeitsverfahren läßt sich nur dadurch genau durchführen, daß ein Sensor den Zustand der Ätzflüssigkeit in einem Kontrollgefäß überwacht, dessen Füllung in wählbaren, zeitlichen Abständen erfolgt, und die Meßphase des Sensors in die ruhende Phase der Meßflüssigkeit im Kontrollgefäß verlegt ist.

Eine bevorzugt verwendete Vorrichtung zur gleichmäßigen Verteilung des flüssigen Elektrolyten sieht einen Flüssigkeits-Pufferbehälter vor, der von einer parallel zur Einlaßseite des Elektrolysebehälters angeordneten Zwischenwand gebildet wird, deren obere Kante unter dem Flüssigkeitsspiegel des Elektrolysebehälters liegt, während die Unterkante und die Seitenkanten dieser Zwischenwand flüssigkeitsdicht mit dem Elektrolysebehälter nach Art einer Trennwand verbunden sind.

Man kann mit einem sehr geringen konstruktiven Aufwand arbeiten, wenn man auf der Einlaßseite und zweckmäßigerweise auch auf der Auslaßseite in dem Elektrolysebehälter Trennwände anbringt.

Man kann sich mit dieser Vorrichtung auch anpassen, je nachdem, ob man den Behälter von oben oder unten mit dem flüssigen Elektrolyten beschicken will.

Eine Möglichkeit besteht darin, daß der Zulauf in den Flüssigkeits-Pufferbehälter von unten unter Flüssigkeitsdruck erfolgt, d.h. daß gewissermaßen unter hydraulischem Druck eine sehr gleichmäßige Verteilung stattfindet.

Will man den Behälter von oben beschicken, dann ist es wesentlich, daß der Zulauf in den Flüssigkeits-Pufferbehälter über einen weiteren vorgelagerten Pufferbehälter erfolgt, der von oben beschickt wird.

Die Ausbildung des Pufferbehälters bzw. der Trennwände kann verschieden sein. Eine Möglichkeit besteht darin, daß die obere Kante der Zwischenwand den Flüssigkeitsspiegel des Elektrolyse-Behälters überragt und Einlaßöffnungen in der Zwischenwand unterhalb des Flüssigkeitsspiegels angeordnet sind.

Es ist je nach der Größe des Elektrolysebehälters und der Art des flüssigen Elektrolyten auch möglich, daß die Einlaßöffnungen, etwa in mittlerer Höhe des Flüssigkeitsstandes angeordnet, den Flüssigkeitsstrom gleichmäßig zwischen die Elektroden leiten.

Wiederum ist es möglich, daß statt vieler Einlaßöffnungen diese zu einem Schlitz zusammengefaßt sind. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, daß mehrere, eine syphonartige Vorlage bildende, Zwischenwände vorhanden sind.

Durch die Anwendung mehrerer Trennwände wird man immer differenzierter den Flüssigkeitsstrom gleichmäßig auch in einem noch so großen Elektrolysebehälter mit noch so vielen Elektroden verteilen.

Wichtig ist, daß die Auslaßseite ebenfalls eine oder mehrere Zwischenwände aufweist und der Ablauf unterhalb des Flüssigkeitsspiegels durch einzelne Öffnungen und/oder Schlitzte vergleichbar wie beim Einlaß erfolgt.

Nach dieser Ausführung kann man die verschiedensten Ausbildungen auf der Einlaßseite mit der Auslaßseite kombinieren. Zum Beispiel könnte man auf der Einlaßseite zwei Trennwände und auf der Auslaßseite nur eine Trennwand anwenden, oder man verwendet auf Ein- und Auslaßseite die gleichen Verteilungsvorrichtungen für den Flüssigkeitsstrom. Je nach den Erfordernissen kann man z. B. in den Zwischen- bzw. Trennwänden auf der Einlaßseite die Einlaßöffnungen oben, aber immer noch unterhalb des Flüssigkeitsspiegels anordnen, während sie auf der Auslaßseite weiter unten liegen. Wesentlich ist immer, daß die Flüssigkeit in den Elektrolysebehälter ein- bzw. austritt, immer durch Öffnungen, Schlitzte, Überlaufkanten und ähnliches, die unterhalb des Flüssigkeitsspiegels liegen.

Ausführungsbeispiele der Erfindung sind in den Zeichnungen dargestellt. Dabei gehen aus den Zeichnungen und der Beschreibung hierfür weitere Erfindungsmerkmale hervor.

Figur 1 zeigt schematisch den Strömungsverlauf in einem Elektrolysebehälter,

Figur 2 zeigt schematisch einen im Rahmen der Erfindung eingesetzten Elektrolysebehälter,

Figur 3 zeigt eine andere Ausbildung einer Zwischenwand wie in Figur 2,

Figur 4 zeigt eine weitere mögliche Ausbildung einer Zwischenwand,

Figur 5 zeigt schematisch ein Ausführungsbeispiel einer erfindungsgemäßen Vorrichtung mit Ätzbehälter, Elektrolysezelle und Sensor, wobei ein bestimmter Kupfergehalt in der Ätzflüssigkeit einstellbar ist.

Figur 6 zeigt ganz allgemein die laufende Kontrolle einer Ätzflüssigkeit durch eine Meßanordnung nach der Erfindung, wobei entsprechend Zusätze der Ätzflüssigkeit zugesetzt werden.

In der Figur 1 zeigt die Pfeilrichtung 1

schematisch den Flüssigkeitsstrom des flüssigen Elektrolyten durch den Elektrolysebehälter 3. Dabei tritt der Flüssigkeitsstrom auf der Einlaßseite 6 ein und verläßt den Behälter auf der Auslaßseite 18. Elektroden 16 sind als Anoden bzw. Kathoden hintereinandergeschaltet. Dabei ist die gleichmäßige Zuführung bzw. Durchströmung der einzelnen Zellen von größter Bedeutung.

In Figur 2, die einen in der erfindungsgemäßen Vorrichtung verwendeten Elektrolysebehälter 3 zeigt, wird der Flüssigkeitsstrom in Pfeilrichtung 1 durch eine Beschickung 14 von oben beschickt. In diesem Fall muß zusätzlich zu dem üblichen Pufferbehälter 5 ein vorgeschalteter Pufferbehälter 13 vorhanden sein, den der Flüssigkeitsstrom in Pfeilrichtung 24 durchströmt. Er tritt dann von unten die zusätzliche Zwischenwand 17 umströmend in den Flüssigkeits-Pufferbehälter 5 ein. Der Flüssigkeits-Pufferbehälter 5 wird in an sich bekannter Weise von einer Zwischenwand 7 gebildet, deren Seitenkanten 10, 11, wie z. B. die Fig. 3 zeigt, und die untere Kante 9 flüssigkeitsdicht mit dem Behälter 3 so verbunden sind, daß sie eine Trennwand bilden. In dieser Zwischenwand 7 sind dann Einlaßöffnungen 4 angeordnet. Diese Einlaßöffnungen können entweder oben, in der Mitte oder auch irgendwie verteilt angeordnet sein. Gegebenenfalls wird man durch Versuche ermitteln, wie die gleichmäßigste Beaufschlagung der einzelnen Platten bei der Abscheidung erreicht wird. Wesentlich ist immer nur, daß die Einlaßöffnungen unter dem Flüssigkeitsspiegel 2 liegen. Der Elektrolyt wird dann so in Pfeilrichtung 25 durch die einzelnen Zellen geleitet, daß die einzelnen Elektroden 16 eine gleichmäßige Verteilung des Flüssigkeitsstromes erfahren. In der Fig. 2 ist die obere Kante 15 der Zwischenwand 7 über dem Flüssigkeitsspiegel 2, damit die Einlaßöffnungen bzw. -schlitze 4 unterhalb des Flüssigkeitsspiegels 2 liegen. Es ist auch möglich, wie in Fig. 3 gezeigt, daß die obere Kante 8 der Zwischenwand 7 unter dem Flüssigkeitsspiegel 2 liegt und die Zwischenwand dann keine Einlaßöffnungen aufweist. Der zugeführte Flüssigkeitsstrom wird dann unterhalb des Flüssigkeitsspiegels 2 in Pfeilrichtung 26 über diese Kante 8 strömen.

Schematisch ist in der Figur 2 angedeutet, daß auch statt des oberen Zulaufes bzw. der oberen Beschickung 14 ein unterer Zulauf 12 vorgesehen sein kann. Für diesen Fall würde dann der vorgeschaltete Pufferbehälter 13 entfallen.

In Fig. 4 ist noch einmal perspektivisch dargestellt, wie z. B. Einlaßöffnungen 4 unter dem Flüssigkeitsspiegel 2 im oberen Bereich innerhalb der Zwischenwand 7 angeordnet sein können.

In der Fig. 2 ist noch schematisch angedeutet, daß die Auslaßseite 18 auch entsprechend ausgebildet sein kann, wobei man jeweils einzelne Elemente der Einlaßseite mit anderen Elementen der Auslaßseite kombinieren kann,

diese Elemente aber an sich gleich sind. Im Ausführungsbeispiel sind, um eine Regulierung des Flüssigkeitsspiegels 2 zu erreichen, in einer Zwischenwand 20 Abläufe 21 angeordnet. Diese Abläufe können wiederum kreisförmig, schlitzförmig oder sonst irgendwie der Strömung angepaßt ausgebildet sein. Im Ausführungsbeispiel tritt dann die in Pfeilrichtung 25 ankommende Flüssigkeitsströmung in Pfeilrichtung 27 in den Pufferbehälter 28 auf der Auslaßseite, der analog dem Pufferbehälter 5 auf der Einlaßseite ausgebildet sein kann. Eine weitere Zwischenwand 19, die im Abstand 29 vom Boden des Behälters 3 angeordnet ist, gestattet dann, daß die abfließende Flüssigkeit in Pfeilrichtung 30 in den nachgeschalteten Behälter 23 eintritt. Dort ist ein Überlauf 22 vorgesehen, d.h. die jetzt ausströmende Flüssigkeit gelangt im freien Fall nach außen. Durch diesen Überlauf wird automatisch dafür gesorgt, daß der Flüssigkeitsspiegel 2 konstant bleibt. Obwohl das im folgenden beschriebene Ausführungsbeispiel auch auf eine Anordnung nach den Figuren 1 bis 4 anwendbar ist, wird zur besseren Verständlichkeit der Aufbau der Meßvorrichtung an einem modifizierten Ausführungsbeispiel geschildert.

In Figur 5, die ein Ausführungsbeispiel der gesamten Vorrichtung der Erfindung wiedergibt, sind schematisch Leiterplatten 31 dargestellt, die durch Tauchen in Pfeilrichtung 43 in den Ätzbehälter 32 in an sich bekannter Weise zum Herstellen elektrischer Schaltungen getaucht werden. Der Ätzbehälter 32 ist mit einer Elektrolysezelle 33, die entsprechend den vorstehenden Ausführungen einen Pufferbehälter (nicht gezeigt) aufweist, zusammengeschaltet. Ein Sensor 34, der im Ausführungsbeispiel (Fig. 6) einen Schwimmer 35 aufweist, ist im Bypass 36 einer Umlaufleitung 37 angeordnet. Wie aus Fig. 6 ersichtlich kann das Ventil 38, welches den Zulauf zu einem Überlaufgefäß 40 regelt, in dem sich der Schwimmer 35 befindet, durch eine Programmsteuerung 42 betätigt werden. Beim Ausführungsbeispiel besitzt der Schwimmer einen an sich bekannten induktiven Abgriff 39, d.h. die Meßordnung schaltet ein oder aus über ihre Kontaktanschlüsse 44, wenn der am Schwimmer 35 befestigte Kontakt 39, z. B. ein Reed-Kontakt, aus dem Magnetfeld der Erregerspulen 45 im feststehenden Teil gelangt.

Aus den Figuren 5 und 6 ist die Arbeitsweise wie folgt ersichtlich:

Die Ätzflüssigkeit 46 wird in Pfeilrichtung 47 von der Pumpe 48 angesaugt und gelangt so in die Umlaufleitung 37. In den gezeigten Ausführungsbeispielen liegt in der Umlaufleitung noch eine Wasserstrahlpumpe 49, die Teilmengen regenerierter Ätzflüssigkeit in Pfeilrichtung 50 aus der Elektrolysezelle 33 ansaugt. Die Pumpe fördert dann weiter in Pfeilrichtung 51 die teilweise regenerierte Ätzflüssigkeit wieder in den Ätzbehälter 32. Der Zulauf zur Elektrolysezelle 33 erfolgt über einen Abzweig 52, wenn das Ventil 53 geöffnet ist. In

zeitlichen Abständen, z. B. durch eine Programmsteuerung 42, wird das Ventil 38 geöffnet. Dadurch wird der in der Umlaufleitung 37 befindlichen Ätzflüssigkeit eine Probemenge entnommen, die in Pfeilrichtung 54 (vgl. Fig. 6) in ein Überlaufgefäß 40 geführt wird. Der Überlauf 55 in diesem Gefäß sorgt dafür, daß die zu messende Menge im Meßbehälter 56 gleich bleibt. Ist dieser Meßbehälter 56 gefüllt, dann läuft die überschießende Probemenge in Pfeilrichtung 57 wieder in den Ätzbehälter 32.

Abhängig von dem Meßergebnis bewegt sich jetzt der Schwimmer 35 in Pfeilrichtung 58, so daß die Kontakte 45 z. B. die nicht dargestellte Stromversorgung der Elektrolysezelle 33 abschalten, wenn der Kupfergehalt in der Ätzflüssigkeit zu hoch wird, oder wieder einschalten, wenn er zu niedrig wird.

Zusätzlich oder auch alleine können weitere Ventile 59, 60 geschaltet werden, die in den Ätzbehälter 32 über Leitungen 61, 62 Zusätze in den Ätzbehälter 32 einspeisen. Je nach der Art der Ätzflüssigkeit und/oder der verwendeten Materialien der Leiterplatten ergeben sich hierfür an sich bekannte Zusätze, um die Ätzgeschwindigkeit auf ein optimales Maß zu bringen.

## Patentansprüche

1. Arbeitsverfahren zur Abscheidung von Kupfer aus einem als Ätzflüssigkeit dienenden flüssigen Elektrolyten durch Führung des Flüssigkeitsstromes dosiert durch einen Einlaß in einen mehrzelligen Elektrolysebehälter (3), aus dem er nach Abscheidung des Kupfers aus einem Auslaß austritt, wobei der Flüssigkeitsstrom (1) vor einem unter dem Flüssigkeitsspiegel (2) des Elektrolysebehälters (3) liegenden Einlaß eine vom Flüssigkeitsstrom gebildete Flüssigkeitsvorlage in einem Flüssigkeits-Pufferbehälter (5) durchläuft, um mit gleichmäßiger Verteilung die einzelnen Zellen des Elektrolysebehälters (3) zu durchströmen, dadurch gekennzeichnet, daß ein zum Einstellen der Ätzflüssigkeit dienender Sensor (34) in einem Bypass (36) zu einer Umlaufleitung (37) der Ätzflüssigkeit zwischen einem Ätzbehälter (32) und der Elektrolysezelle (33) angeordnet ist, der in einstellbaren, zeitlichen Abständen über ein Ventil (38) mit der Umlaufleitung (37) verbunden wird, wobei eine Schaltphase des Sensors (34) bei geschlossenem Ventil (38), d.h. bei ruhender Ätzflüssigkeit, stattfindet.

2. Vorrichtung zur Abscheidung von Kupfer aus einem als Ätzflüssigkeit dienenden flüssigen Elektrolyten unter Verwendung eines mehrzelligen Elektrolysebehälters (3) mit unter dem auszubildenden Flüssigkeitsspiegel im Elektrolysebehälter liegenden Einlaß zum Eintritt des flüssigen Elektrolyten und Auslaß zur Abführung des Elektrolyten sowie einem vor dem Einlaß liegenden Pufferbehälter (5), der durch

eine parallel zur Einlaßseite (6) des Elektrolysebehälters (3) angeordnete Zwischenwand (7) gebildet wird, deren Unterkante (9) und Seitenkanten (10, 11) flüssigkeitsdicht mit dem Elektrolysebehälter (3) nach Art einer Trennwand verbunden sind, wobei die Zwischenwand (7) ggf. mit Einlaßöffnungen (4) versehen ist, dadurch gekennzeichnet, daß zum Einstellen der Ätzflüssigkeit ein Sensor (34) in einem Bypass (36) zu einer Umlaufleitung (37) der Ätzflüssigkeit zwischen einem Ätzbehälter (32) und der Elektrolysezelle (33) angeordnet ist, der über ein Ventil (38) mit der Umlaufleitung (37) in einstellbaren zeitlichen Abständen verbindbar ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die obere Kante (8) der Zwischenwand (7) des Elektrolysebehälters (3) unter dem darin auszubildenden Flüssigkeitsspiegel liegt.

4. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Zulauf (12) in den Flüssigkeits-Pufferbehälter (5) von unten unter Flüssigkeitsdruck erfolgt.

5. Vorrichtung nach Anspruch 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Zulauf in den Flüssigkeits-Pufferbehälter (5) über einen weiteren vorgelagerten Pufferbehälter (13) erfolgt, der von oben beschickt wird.

6. Vorrichtung nach Anspruch 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Sensor (34) ein Schwimmer mit induktivem oder kapazitivem Abgriff (39) ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß sich der Sensor (34) in einem in der Bypassleitung (36) angeordneten Überlaufgefäß (40) befindet.

8. Vorrichtung nach Anspruch 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Ventil (38) in einem Zulauf (41) zum Überlaufgefäß (40) angeordnet ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Ventil (38) ein elektromagnetisches Ventil ist, dessen Offen- und Schließstellung programmgesteuert (42) ist.

## Claims

1. Working process for the deposition of copper from a liquid electrolyte serving as an etchant by metered guiding of the stream of liquid through an inlet into a multicell electrolysis vessel (3), from which, after deposition of the copper, it exits through an outlet, the stream of liquid (1) passing through a reservoir of liquid formed by the stream of liquid in a liquid buffer tank (5) upstream of an inlet lying below the level of liquid (2) in the electrolysis vessel (3), in order to flow through the individual cells of the electrolysis vessel (3) with uniform distribution, characterised in that a sensor (34) for regulating the etchant is located in a bypass (36) to a circulation line (37) of the etchant between an

etching tank (32) and the electrolysis cell (33) and is connected to the circulation line (37) in adjustable intervals of time via a valve (38), a switching phase of the sensor (34) taking place with the valve (38) closed, i.e. with the etchant at rest.

2. Device for the deposition of copper from a liquid electrolyte serving as an etchant using a multicell electrolysis vessel (3) with, lying below the level of liquid to be obtained in the electrolysis vessel, an inlet for entry of the liquid electrolyte, and an outlet for removal of the electrolyte, as well as a buffer tank (5), upstream of the inlet, formed by a partition (7) located parallel to the inlet side (6) of the electrolysis vessel (3), the lower edge (9) and side edges (10, 11) of the partition forming a liquid-tight connection with the electrolysis vessel (3) in the manner of a dividing wall and the partition (7) being provided with inlet openings (4) if appropriate, characterised in that to regulate the etchant a sensor (34) is located in a bypass (36) to a circulation line (37) of the etchant between an etching tank (32) and the electrolysis cell (33) and can be connected to the circulation line (37) at adjustable intervals of time via a valve (38).

3. Device according to claim 2, characterised in that the top edge (8) of the partition (7) of the electrolysis vessel (3) lies below the level of liquid to be obtained therein.

4. Device according to claim 2 or 3, characterised in that the feed (12) into the liquid buffer tank (5) takes place from the bottom under liquid pressure.

5. Device according to claims 2 to 4, characterised in that the feed into the liquid buffer tank (5) takes place via another buffer tank (13) upstream, which is charged from the top.

6. Device according to claims 2 to 5, characterised in that the sensor (34) is a float with an inductive or capacitive tap (39).

7. Device according to claims 2 to 6, characterised in that the sensor (34) is in an overflow vessel (40) located in the bypass line (36).

8. Device according to claims 2 to 7, characterised in that the valve (38) is located in a feed (41) to the overflow vessel (40).

8. Device according to claim 8, characterised in that the valve (38) is an electromagnetic valve, the opening and closing position of which is programme-controlled (42).

## Revendications

1. Procédé pour déposer du cuivre à partir d'un électrolyte liquide servant d'agent décapant, par l'introduction dosée de l'électrolyte liquide dans un électrolyseur pluricellulaire (3), qu'il quitte après avoir déposé le cuivre, le liquide (1) traversant, en amont d'une entrée d'admission située plus bas que le niveau dans la cellule, une réserve de cet électrolyte liquide se trouvant

dans un compartiment-tampon (5), pour parvenir ensuite également réparti aux différentes cellules de l'électrolyseur (3), caractérisé en ce que le débit de l'électrolyte est contrôlé par un régulateur (34) monté dans une branche de dérivation (36) dirigée vers une canalisation de recirculation (37) entre la cuve d'électrolyte (32) et la cellule (33) de l'électrolyseur, le régulateur étant mis en communication par une vanne (38) avec la canalisation de recirculation (37), à des intervalles de temps réglables, ladite vanne (38) se fermant quand le débit d'électrolyte s'interrompt.

2. Dispositif pour déposer du cuivre à partir d'un électrolyte liquide servant d'agent décapant, utilisant un électrolyseur pluricellulaire (3) pourvu d'une entrée d'admission de l'électrolyte située plus bas que le niveau à atteindre dans l'électrolyseur et d'une sortie d'évacuation, ainsi que d'un compartiment-tampon (5) situé en amont de l'entrée d'admission, défini par une cloison intermédiaire (7) parallèle à la face (6) côté admission de l'électrolyseur (3) et dont le bord inférieur (9) et les bords latéraux (10, 11) sont reliés de manière étanche à l'électrolyseur (3) à la manière d'une paroi de compartimentage, cette cloison intermédiaire (7) pouvant être éventuellement pourvue d'ouvertures de passage (4), caractérisé en ce qu'un régulateur (34) contrôlant le débit de l'électrolyte est monté dans une branche de dérivation (36) de la canalisation de recirculation (37) entre le réservoir (32) et la cellule d'électrolyse (33), ledit régulateur (34) pouvant être mis en communication avec la canalisation de recirculation (37), à des intervalles de temps réglables, au moyen d'une vanne (38).

3. Dispositif suivant la revendication 2, caractérisé en ce que le bord supérieur (8) de la paroi (7) de l'électrolyseur (3) se trouve plus bas que le niveau à atteindre dans la cellule.

4. Dispositif suivant les revendications 2 ou 3, caractérisé en ce que l'entrée (12) dans le compartiment-tampon (5) se fait par le bas, sous la pression de l'électrolyte.

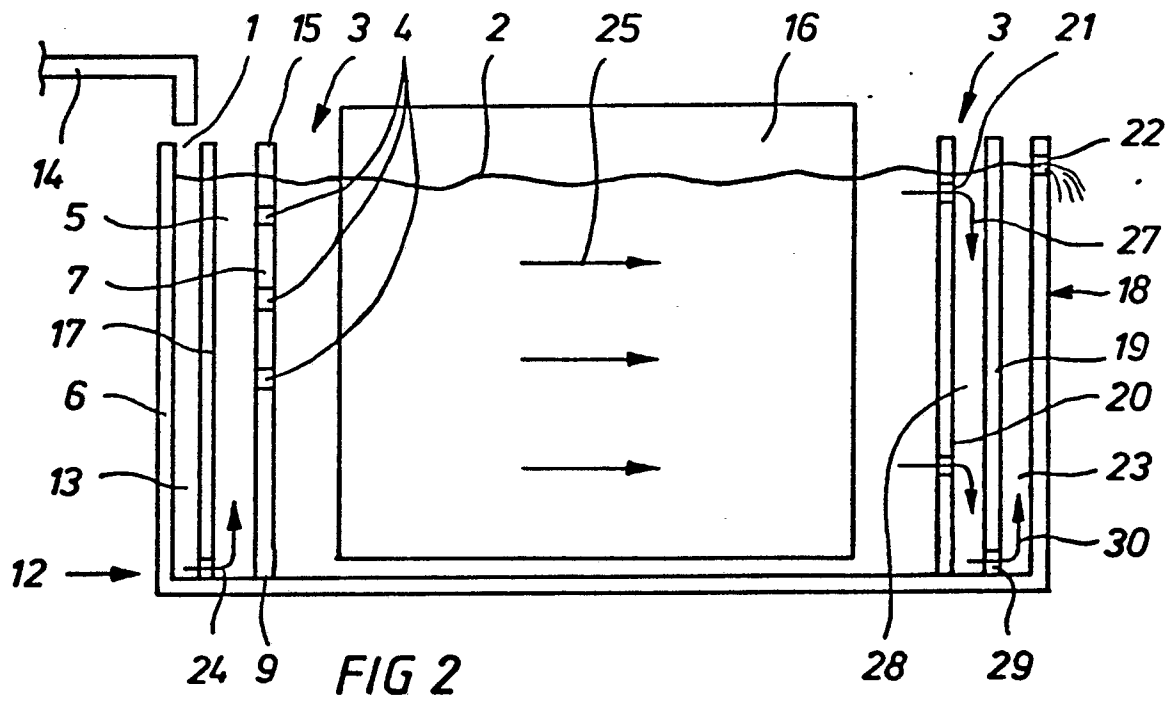
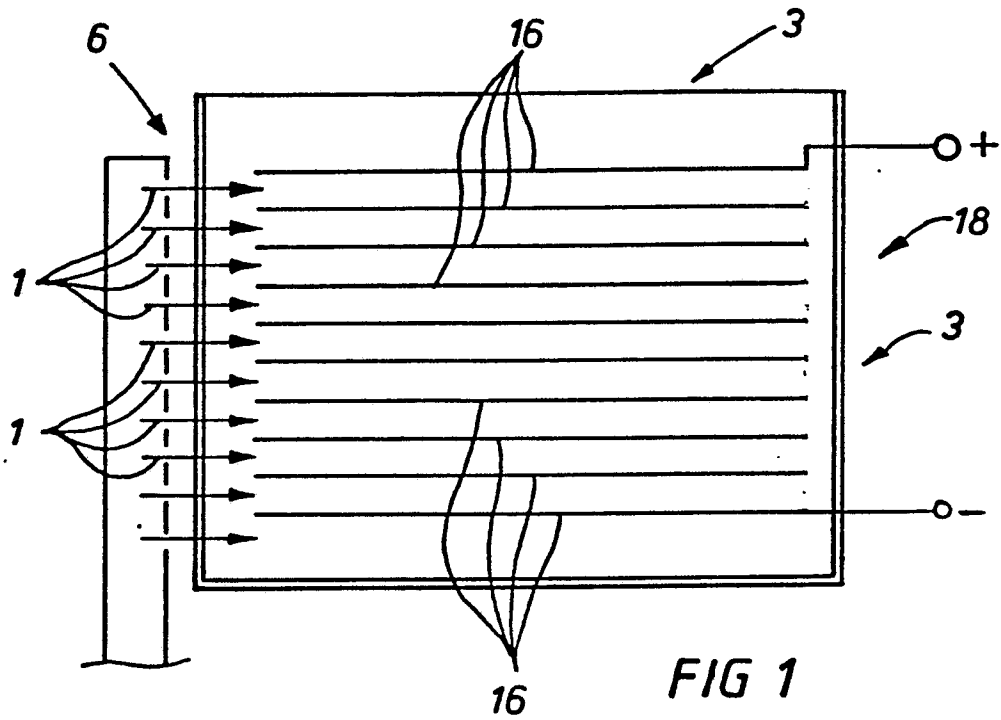
5. Dispositif suivant les revendications 2 à 4, caractérisé en ce que l'entrée dans le compartiment-tampon (5) s'effectue à travers un premier compartiment-tampon (13).

6. Dispositif suivant les revendications 2 à 5, caractérisé en ce que le régulateur (34) comporte un flotteur (39) inductif ou capacitif.

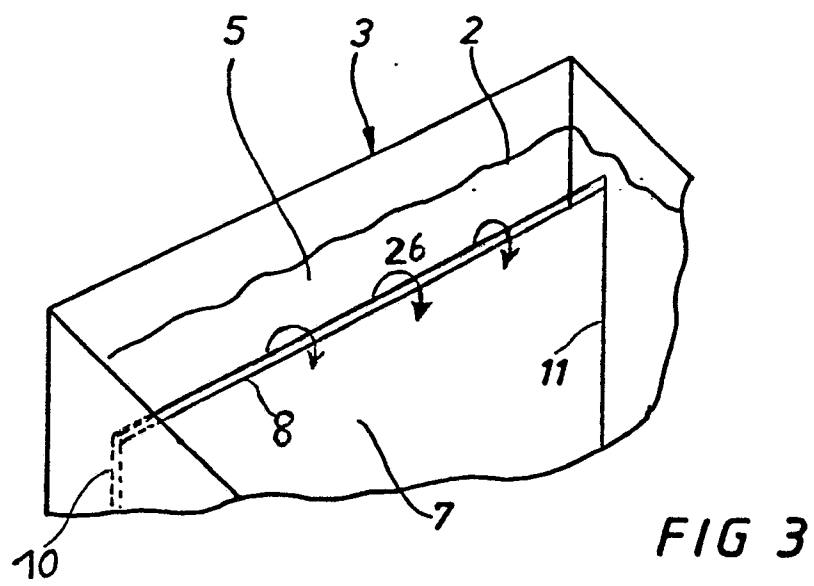
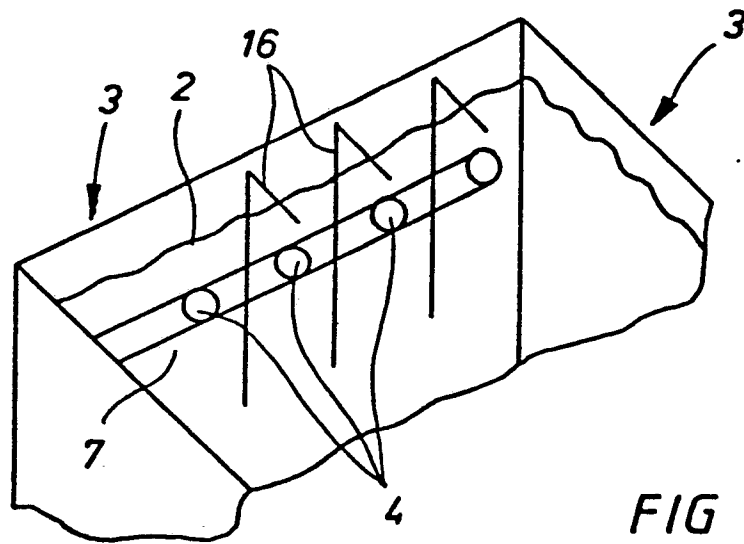
7. Dispositif suivant les revendications 2 à 6, caractérisé en ce que le régulateur (34) est logé dans une chambre de trop-plein (40) montée dans la branche de dérivation (36).

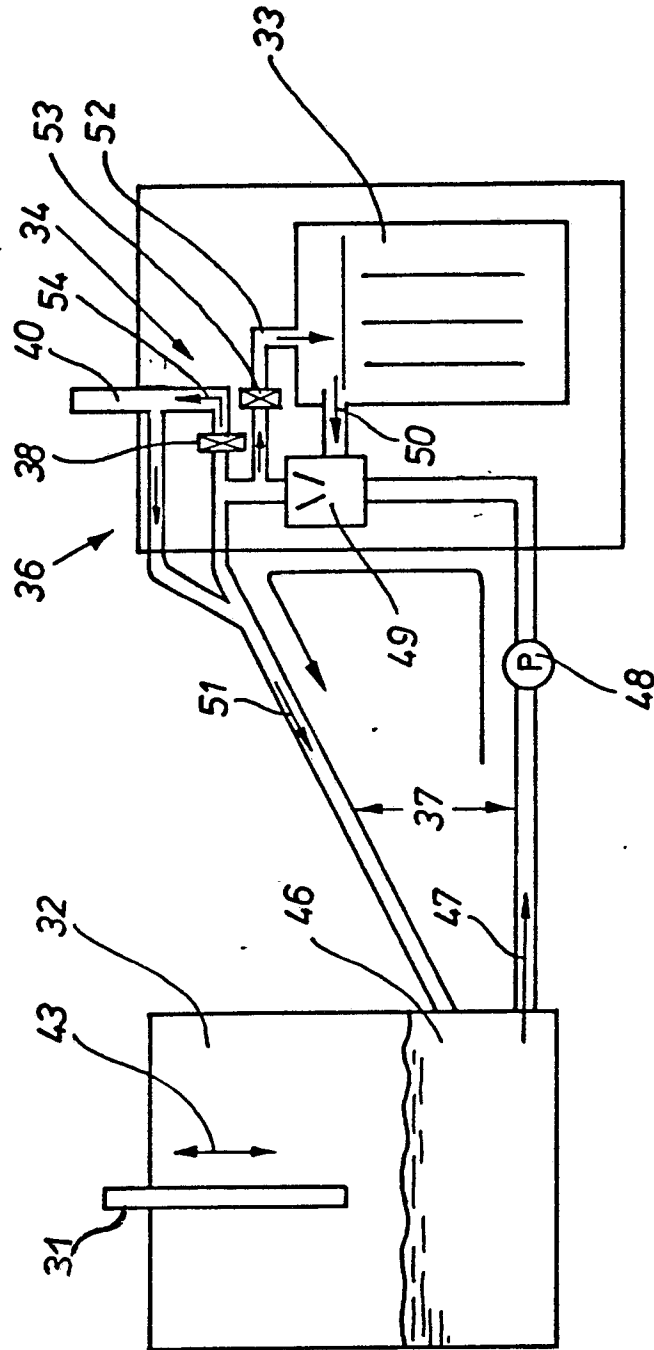
8. Dispositif suivant les revendications 2 à 7, caractérisé en ce que la vanne (38) est montée dans la canalisation (41) vers la chambre de trop-plein (40).

9. Dispositif suivant la revendication 8, caractérisé en ce que la vanne (38) est une vanne électromagnétique à ouverture/fermeture programmée (42).









**FIG 5**

