



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

219766
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 23 C 3/00

(22) Přihlášeno 04 03 81
(21) (PV 1530-81)

(40) Zveřejněno 27 08 82

(45) Vydáno 15 09 85

(75)
Autor vynálezu

HORSKÝ MIROSLAV ing., MAŠEK PAVEL ing., HUŠEK BOHUMIL ing.,
HRADEC KRÁLOVÉ

(54) Způsob bezproudového hromadného niklování keramických dielektrických materiálů

1

2

Vynález se týká způsobu bezproudového hromadného niklování keramických dielektrických materiálů, zejména velkoplošných keramických kondenzátorových dielektrik.

Vynález řeší tento postup s vysokou využitelností lázně, bez přerušení pokovovacího procesu s regulací lázně během provozu bez nároků na kontrolní metody, obvyklé ve stávající technologii.

Podstatou vynálezu je, že vzorky se niklují při zatížení větším než 1 : 4, s výhodou 1 : 14 až 18 až do vyčerpání Ni^{2+} iontů v lázni, načež se bez přerušení za provozního stavu niklovací lázeň regeneruje.

Vynálezu lze využít při hromadném niklování keramických dielektrik, případně jiných izolačních materiálů s velkým povrchem určeným k pokovování.

Vynález se týká způsobu bezproudového hromadného niklování keramických dielektrických materiálů, zejména velkoplošných keramických kondenzátorových dielektrik.

Nevodivé předměty lze pokovovat bezproudově-chemicky. Po aktivaci povrchu a důkladném oplachu ulpělého přebytečného roztoku aktivátoru se předměty určené k pokovení ponoří do pokovovací lázně. V lázni se na vytvořená aktivní centra zachytí adsorpcí nanášený kov a další reakce již proběhne autokatalyticky. Chemické složky lázně se spotřebovávají postupně, takže se musí při průběžném pokovování nahradit, aby pokovovací proces mohl být nepřetržitý. Rychlá regulace lázně je zvláště důležitá při pokovování velkých ploch, například velkoplošných desek keramických dielektrických materiálů. Požadavek na tloušťku kovové vrstvy jako elektrody je asi 1 až 2 μm . Dielektrika přitom není možno vystavovat dlouhodobému působení agresivních lázní, protože by mohlo vést k prohloubení defektů, především u slabostěnné keramiky, a tím ke zhoršení ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ nad povolenou mez, případně k pozvolné degradaci kondenzátoru při dlouhodobém elektrickém zatížení. Používané způsoby pokovování keramických dielektrik obecnými kovy, zejména mědí a niklem, vycházejí z nízkých zatížitelností lázní, nejvýše v poměru 1 : 2 (na 1000 ml lázně 0,02 m^2 plochy pokovovaného povrchu). Tloušťka nanášené vrstvy se řídí dobou pokovování. Lázeň se doplňuje průběžně, podle analýzy a podle známých receptur je nutné v případě niklování lázeň ochladit pod 60 °C a poté provést regeneraci doplněním aktivních složek. Jinak by byla ohrožena stabilita lázně. Stabilita lázně, soustavně doplňována při ještě vysoké koncentraci aktivních složek, kovových iontů a redukovadla, je nízká a vyžaduje značnou pracovní péči, nízké pracovní zatížení, pokovování menšího počtu vzorků a časté doplňování.

Nevýhody současného stavu techniky odstraňuje způsob bezproudového hromadného niklování keramických dielektrických materiálů, jehož podstata spočívá v tom, že vzorky se niklují při zatížení větším než 1 : 4, s výhodou 1 : 14 až 18, až do vyčerpání Ni^{2+} iontů v lázni, načež se bez přerušení, za provozního stavu, niklovací lázeň regeneruje.

Výhodou pokovovacího způsobu podle vynálezu je hospodárnost. Umožňuje v průběhu krátkého času v postupných periodách, daných rychlostí naložení velkého počtu vzorků, například velkoplošných kondenzátorových dielektrik, opatřit je niklovou e-

lektrodou o přibližně stejné tloušťce, bez nároku na soustavnou kontrolu, regulaci času a teploty a jinou kontrolu lázně. Kontrola je omezena pouze na sledování použitých regeneračních kroků. Po provedení šesti až dvacetipěti i více kroků, což je dáno čistotou použitých substancí, se lázeň vymění.

Vynález bude blíže vysvětlen a popsán na možném příkladu provedení podle vynálezu.

Koncentrace aktivních složek lázně musí být taková, aby při pokovovacím procesu došlo k téměř úplnému vyčerpání lázně a současně se nanasla na dielektrika kovová vrstva o požadované tloušťce. Toho se u niklové lázně o obvyklé koncentraci 0,07 až 0,08 mol. Ni^{2+} na 1000 ml lázně docílí přibližně za 15 minut, přičemž asi 90 % tloušťky vrstvy se vyloučí již za 4 až 5 minut. Rychlé odčerpání iontů Ni^{2+} z lázně, tj. překonání počátečního labilního stavu, je základem předpokladem pro zabránění rozpadu při tak velkém pracovním zatížení a shromažďujících se balastních složkách. Vyčerpaná lázeň se doplní příslušným množstvím spotřebovaných aktivních substancí a pokračuje se v pokovování další skupiny dielektrik. Stabilitu lze zvýšit volbou niklovací lázně s komplexní složkou amoniakální, blokující kumulaci fosforitanových iontů a soustavným přidávkem reakcí spotřebovaného stabilizátoru.

V konkrétním příkladu provedení podle vynálezu byla pokovena dielektrika o celkové ploše 0,05 m^2 v 1000 ml pokovovací lázně. Koncentrace lázně byla taková, že na 0,07 mol. síranu nikelnatého, připadlo 0,17 mol. fosforanu sodného, dále 0,3 mol. pufrací a komplexotvorné složky — kyseliny mléčné, 0,3 mol. hydroxidu amonného a 7 miligramů stabilizátoru — thiomocoviny. V lázni zahřáté na 90 °C se v průběhu 20 min. nanasla na aktivovaný povrch dielektrik vrstva niklu o tloušťce asi 2,5 μm . Vyčerpaná lázeň byla doplněna koncentrovaným roztokem aktivních složek, tj. fosforanu nikelnatého a sodného rozpuštěného v hydroxidu amonném s přidávkem kyseliny mléčné a thiomocoviny, odpovídající vnesenému množství pokovovací lázně ulpělé na závěsovém zařízení a na pokovovaných deskách. Tímto způsobem byla provedena regenerace celkem 20 X bez přerušení pokovovacího procesu. Nanesená niklová vrstva pokovených dielektrik měla tloušťku v rozsahu 2,0 až 3,0 μm . Elektrické parametry, zvláště hodnota ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ dielektrik typu I i typu II ležela v mezích předepsaných příslušnými normami.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob bezproudového hromadného niklování keramických dielektrických materiálů, zejména velkoplošných keramických kondenzátorů, vyznačený tím, že vzorky se nik-

lují při zatížení větším než 1:4, s výhodou 1:14 až 18 až do vyčerpání Ni^{2+} iontů v lázni, načež se bez přerušení za provozního stavu niklovací lázeň regeneruje.