



MD 2913 F1 2005.11.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **2913** ⁽¹³⁾ **F1**
(51) Int. Cl.: **C25D 3/12** (2006.01)
C25D 3/60 (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată în termen de 6 luni de la data publicării	
(21) Nr. depozit: a 2004 0212 (22) Data depozit: 2004.09.08	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2005.11.30, BOPI nr. 11/2005
(71) Solicitant: UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD (72) Inventatori: COVALIOV Victor, MD; COVALIOVA Olga, MD (73) Titular: UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD	

(54) **Procedeu de aplicare a acoperirii ce conține nichel-staniu**

(57) **Rezumat:**

1
Invenția se referă la tehnologia de aplicare electrochimică a acoperirilor funcționale și poate fi utilizată în industria radioelectronică.

Esența invenției constă în aceea că procedeul include depunerea electrochimică a acoperirii din electrolit ce conține clorură de nichel, clorură de staniu, pirofosfat de kalium și prelucrarea termică ulterioară, totodată electrolitul conține suplimentar tartrat de amoniu, dimetilaminoboran și nitrat de talium, în următorul raport al componentelor, în g/l:

clorură de nichel $\text{NiCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 10,0...15,0
clorură de staniu $\text{SnCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 10,0...12,0
pirofosfat de kalium $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 120,0...140,0
tartrat de amoniu
 $\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2(\text{COONH}_4)_2$ 5,0...15,0

2
dimetilaminoboran
 $(\text{CH}_3)_2\text{NBH}_2$ 1,5...2,5
5 nitrat de talium TlNO_3 0,001...0,010
depunerea se efectuează la $\text{pH}=8,5...10,5$, temperatura de $50...70^\circ\text{C}$ și densitatea catodică a curentului de $0,5...2,0 \text{ A/dm}^2$, iar prelucrarea termică ulterioară a acoperirii la $120...150^\circ\text{C}$ timp de 0,5...1 ore.

10 Rezultatul invenției constă în majorarea stabilității electrolitului, îmbunătățirea aspectului acoperirilor și asigurarea unui grad înalt de lipire a elementelor aparatelor radioelectronice cu aliaje ușor fuzibile.

15 Revendicări: 1

MD 2913 F1 2005.11.30

MD 2913 F1 2005.11.30

3

Descriere:

Invenția se referă la tehnologia de aplicare electrochimică a acoperirilor funcționale și poate fi utilizată în industria radioelectronică.

5 Este cunoscut procedeul electrochimic de depunere a straturilor sudate ce conțin nichel-bor din electrolit, care constă din sare de nichel, formator de complecși și regenerator, cu prelucrarea termică ulterioară. În calitate de săruri de nichel se utilizează sulfatul și azotatul de nichel, în calitate de formator de complecși – clorură de amoniu, trietanolamină și trilon B, iar în calitate de regenerator – bisulfid de natriu și borohidrid de natriu. În procesul de depunere electrochimică a nichelului are loc regenerarea chimică a borului și includerea lui în compoziția acoperirilor. Prelucrarea termică a 10 acoperirilor obținute se efectuează la temperatura de 450°C timp de o oră, ceea ce majorează duritatea și rezistența la uzură a acoperirilor. Însă realizarea acestui procedeu include soluții cu foarte multe componente și utilizarea dificilă a electrolitului la ajustarea compoziției acestuia, cheltuieli mari de energie la prelucrarea termică, totodată acoperirile obținute posedă proprietăți nespecifice pentru sudare.

15 În calitate de cea mai apropiată soluție servește procedeul electrochimic de depunere a straturilor sudate din electrolit, ce conține clorură de nichel, clorură de staniu și pirofosfat de kalium în calitate de formator de complecși, cu formarea aliajului electrolitic nichel-staniu [2], care însă posedă proprietăți nespecifice pentru sudarea acoperirilor obținute din cauza formării la suprafață a unei pelicule subțiri de oxid, ceea ce nu permite utilizarea acoperirilor obținute în loc de acoperirile din aur, argint ș.a. pe 20 piesele aparatelor.

Problema pe care o soluționează prezenta invenție constă în obținerea acoperirilor electrolitice care pot fi ușor sudate fără decapant neactiv pe elementele pieselor radioelectronice și pot înlocui acoperirile din aur și alte metale prețioase.

25 Esența invenției constă în aceea că procedeul include depunerea electrochimică a acoperirii din electrolit ce conține clorură de nichel, clorură de staniu, pirofosfat de kalium și prelucrarea termică ulterioară, totodată electrolitul conține suplimentar tartrat de amoniu, dimetilaminoboran și nitrat de talium, în următorul raport al componentelor, în g/l:

clorură de nichel $\text{NiCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	10,0...15,0
clorură de staniu $\text{SnCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	10,0...12,0
pirofosfat de kalium $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$	120,0...140,0
tartrat de amoniu $\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2(\text{COONH}_4)_2$	5,0...15,0
dimetilaminoboran $(\text{CH}_3)_2\text{NBH}_2$	1,5...2,5
nitrat de talium TlNO_3	0,001...0,010,

30 depunerea se efectuează la $\text{pH}=8,5...10,5$, temperatura de 50...70°C și densitatea catodică a curentului de 0,5...2,0 A/dm², iar prelucrarea termică ulterioară a acoperirii la 120...150°C timp de 0,5...1 ore.

Rezultatul invenției constă în majorarea stabilității electrolitului, îmbunătățirea aspectului acoperirilor și asigurarea unui grad înalt de lipire a elementelor aparatelor radioelectronice cu aliaje ușor fuzibile.

35 Sărurile de nichel și staniu aprovizionează electrolitul menționat cu ioni pentru regenerarea electrochimică corespunzătoare a acestor metale. Prezența pirofosfatului de kalium și a tartratului de amoniu asigură formarea legăturilor complexe între ionii acestor metale. Formarea complecșilor, pe de o parte, apropie potențialele catodice la regenerarea electrochimică a două metale diferite în limitele $\varphi = -0,45...0,50$ V, asigurând depunerea concomitentă a nichelului și staniului la densitatea dată a curentului. Totodată, tartratul de amoniu posedă proprietăți de tampon, menținând pH-ul 40 stratului adiacent electrodului în limitele date, împiedicând alcalinizarea stratului adiacent catodului și formarea hidroxizilor, ceea ce îmbunătățește calitatea acoperirilor.

Pe de altă parte, formarea legăturilor complexe între ionii metalelor împiedică prezența acestora în stare liberă, prevenind astfel posibilitatea regenerării chimico-catalitice a lor cu dimetilaminoboranul ca agent de regenerare activă și separarea în volum a electrolitului acestor metale.

45 Dimetilaminoboranul în electrolit aprovizionează cu bor elementar acoperirile. Procesul de regenerare a borului este de natură chimico-catalitică, având loc la suprafața acoperirii metalice în creștere datorită proprietăților catalitice ale nichelului, și este îmbinat cu regenerarea electrochimică a nichelului și staniului. Borul regenerat face parte din compoziția aliajului metalic și se distribuie uniform în acesta.

50 Prezența în electrolit a concentrațiilor mici de compuși ai taliului, care se referă la otrăvuri catalitice, înăbușă activitatea catalitică a particulelor mecanice sau regenerate ale metalelor în electrolit, ceea ce asigură stabilizarea electrolitului și previne posibilitatea autodistrugerii acestuia în volum.

MD 2913 F1 2005.11.30

4

Exemplu de realizare a invenției

Depunerea acoperirilor s-a efectuat din electrolitul cu următoarea compoziție:

clorură de nichel $\text{NiCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	10,0...15,0
clorură de staniu $\text{SnCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	10,0...12,0
pirofosfat de kalium $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$	120,0...140,0
tartrat de amoniu $\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2(\text{COONH}_4)_2$	5,0...15,0
dimetilaminoboran $(\text{CH}_3)_2\text{NBH}_2$	1,5...2,5
nitrat de talu TlNO_3	0,001...0,010.

- 5 Analiza compoziției s-a efectuat prin metoda chimică, iar gradul de sudură al acoperirilor s-a determinat conform STAS 23904-79 după variația coeficientului de curgere a aliajului (K_p), a aliajului ПОС-16 cu utilizarea decapantului neactiv – soluție alcoolică de colofoniu. A fost variată concentrația dimetilaminoboranului și a nitratului de talu pentru reglarea cantității de bor în compoziția acoperirilor.

- 10 De asemenea a fost variat raportul concentrațiilor componentelor în electrolit, a fost determinată cantitatea de staniu și de bor în compoziția acoperirilor, care ulterior au fost prelucrate, apoi au fost măsurate valorile (K_p).

Rezultatele măsurărilor sunt prezentate în tabel.

Tabel

Nr.	Parametri		Invenția propusă			Cea mai apropiată soluție
			1	2	3	
1.	clorură de nichel		10	12	15	15
	clorură de staniu		12	11	10	12
	pirofosfat de kalium		120	130	140	140
	tartrat de amoniu		10	10	5	-
	dimetilaminoboran		1,5	2,0	2,5	-
	nitrat de talu		0,01	0,005	0,001	-
	densitatea catodică a curentului, A/dm^2		0,5	1,5	2,0	2,0
	pH		10,5	8,5	9,5	8,5
	temperatura, $^{\circ}\text{C}$		50	60	70	60
2.	Conținutul elementelor în aliaj, %	Sn	71,3	65,5	60,3	78,5
		B	1,1	3,6	5,3	-
3.	Regimul prelucrării termice	Temperatura, $^{\circ}\text{C}$	120	135	150	-
		Timpul, ore	1,0	0,75	0,5	-
4.	Coeficientul de curgere a aliajului, K_p		2,4	2,5	2,75	0,6

- 15 Datele prezentate dovedesc că în condițiile prezentei invenții coeficientul de curgere a aliajului este considerabil mai mare în comparație cu cea mai apropiată soluție. O dată cu majorarea concentrației dimetilaminoboranului și a nitratului de talu în electrolit valorile K_p cresc, însă majorarea concentrației dimetilaminoboranului mai mult de 2,5 g/l conduce la scăderea stabilității electrolitului,
- 20 iar majorarea concentrației nitrului de talu mai mult de limită conduce la micșorarea cantității de bor în aliaj.

25

MD 2913 F1 2005.11.30

5

(57) Revendicare:

- 5 Procedeu de aplicare a acoperirii ce conține nichel-staniu care include depunerea electrochimică a acoperirii din electrolit, ce conține clorură de nichel, clorură de staniu, pirofosfat de kaliu și prelucrarea termică ulterioară **caracterizat prin aceea că** electrolitul conține suplimentar tartrat de amoniu, dimetilaminoboran și nitrat de taliiu, în următorul raport al componentelor, în g/l:

clorură de nichel $\text{NiCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	10,0...15,0
clorură de staniu $\text{SnCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	10,0...12,0
pirofosfat de kaliu $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$	120,0...140,0
tartrat de amoniu $\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2(\text{COONH}_4)_2$	5,0...15,0
dimetilaminoboran $(\text{CH}_3)_2\text{NBH}_2$	1,5...2,5
nitrat de taliiu TlNO_3	0,001...0,010,

depunerea se efectuează la $\text{pH}=8,5...10,5$, temperatura de $50...70^\circ\text{C}$ și densitatea catodică a curentului de $0,5...2,0 \text{ A/dm}^2$, iar prelucrarea termică ulterioară a acoperirii la $120...150^\circ\text{C}$ timp de $0,5...1$ ore.

10

(56) Referințe bibliografice:

1. SU 261084 1970.01.06
2. Федотьев Н.П. и др. Электролитические сплавы. Москва, Машгиз, 1962, с. 183

Șef Secție:

GUȘAN Ala

Examinator:

EGOROVA Tamara

Redactor:

LOZOVANU Maria

RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: a 2004 0212		
(22) Data depozit: 2004.09.08		
(51) ⁷ : C 25 D 3/12, 3/60 Alți indici de clasificare:		
Titlul : Procedeu de aplicare a acoperirii ce conține nichel-staniu		
(71) Solicitantul : UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD		
Termeni caracteristici : Procedeu de aplicare a acoperirii ce conține nichel-staniu		
Способ нанесения никель-оловосодержащего покрытия		
I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indici de clasificare Int. Cl. (7))		
MD baza de date 1994-2004 EA buletine oficial 1995-2004 SU colecția de certificate de autor 1970-1991 Int. Cl. ⁷ C 25 D 3/12, 3/60		
II. Documente considerate ca relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A	SU 261084 1970.01.06 Федотьев Н.П. и др. Электролитические сплавы, Машгиз, Москва, 1962, с. 183	1 1
☐ Documentele următoare sunt indicate în continuare a rubricii II		☐ Informația referitoare la brevete paralele se anexează
* categoriile speciale ale documentelor consultate:		P - document publicat înainte de data de depozit dar după data priorității invocate
A - document care definește stadiul anterior general		T - document publicat după data de depozit sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidența principiul sau teoria care conține baza invenției
E - document anterior dar publicat la data de depozit național reglementar sau după aceasta data		X - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă
L - document care poate pune în discuție data priorității invocate, poate contribui la determinarea datei publicării altor divulgări sau pentru un motiv expres (se va indica motivul)		Y - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă cand documentul este asociat cu unul sau mai multe alte documente de aceeași natură, aceasta combinație fiind evidentă pentru o persoană de specialitate
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere sau orice altă		& - document care face parte din aceeași familie de documente
Data finalizării documentării		2005.09.09
Examinatorul		EGOROVA Tamara