



(11) **EP 1 969 157 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
03.06.2009 Patentblatt 2009/23

(51) Int Cl.:
C23F 11/16 ^(2006.01) **C10M 105/72** ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **06805360.2**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/DE2006/001739

(22) Anmeldetag: **04.10.2006**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2007/038915 (12.04.2007 Gazette 2007/15)

(54) **PASSIVIERUNGS- UND SCHMIERMITTEL FÜR GOLD-, SILBER- UND KUPFEROBERFLÄCHEN UND VERFAHREN ZU SEINER ANWENDUNG**

PASSIVATOR AND LUBRICANT FOR GOLD, SILVER, AND COPPER SURFACES, AND METHOD FOR USING THE SAME

AGENT DE PASSIVATION ET DE LUBRIFICATION POUR SURFACES EN OR, EN ARGENT ET EN CUIVRE ET PROCEDES D'UTILISATION ASSOCIES

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT CH DE LI

(30) Priorität: **05.10.2005 DE 102005047843**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
17.09.2008 Patentblatt 2008/38

(73) Patentinhaber: **OTB Oberflächentechnik in Berlin GmbH & Co.**
12277 Berlin (DE)

(72) Erfinder:
• **LANDAU, Uwe**
14169 Berlin (DE)
• **JOLK, Ingo**
12157 Berlin (DE)

(74) Vertreter: **Tilger, Bernhard**
Erbisgasse 3
64646 Heppenheim (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A1- 0 492 487 WO-A-20/04087996
GB-A- 1 217 414

• **KARTLUEKE D ET AL: "ANLAUFSCHUTZ UND REIBMINDERUNG MIT THIOLLEN AUF SILBEROBERFLÄCHEN" GALVANOTECHNIK, EUGEN G.LEUZE VERLAG, SAULGAU/WURTT, DE, Bd. 83, Nr. 6, 1. Juni 1992 (1992-06-01), Seiten 1918-1926, XP000278010 ISSN: 0016-4232 in der Anmeldung erwähnt**

EP 1 969 157 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Passivierungs- und Schmiermittel für Gold-, Silber-, und Kupferoberflächen sowie für entsprechende Legierungsoberflächen. Sie betrifft auch ein Herstellungsverfahren für dieses Mittel und ein Verfahren zu seiner Anwendung.

[0002] Durch die Bildung von schwer löslichen Silber-sulfidschichten laufen Silber- und Silberlegierungsoberflächen im Gebrauch nach kurzer Zeit meist ungleichmäßig mehr oder weniger fleckig an. Dieses Anlaufen ist nicht nur unter ästhetischen Gesichtspunkten unerwünscht, sondern macht sich auch bei den anwendungstechnischen Eigenschaften negativ bemerkbar. Bei elektrischen oder elektronischen Anwendungen beispielsweise führt es zu einer unerwünschten Verschlechterung der Lötbarkeit versilberter Bauteile und zu einer unzulässigen Erhöhung des Kontaktwiderstandes von Silberkontaktwerkstoffen. Bei silberhaltigen elektrischen Steckverbindern macht sich zudem auch noch ein unerwünscht hoher Reibungskoeffizient oftmals recht nachteilig bemerkbar.

[0003] Als Anlaufschutz und zur Reibminderung bei Silberoberflächen hat sich bereits seit langem der Einsatz von Thiolen, insbesondere Hexadecanthiol, bewährt (siehe z.B. den Übersichtsartikel "Anlaufschutz und Reibminderung mit Thiolen auf Silberoberflächen" von D. Kartlüke, R. R. Scholz, M. J. Funk und M. E. Baumgärtner in Galvanotechnik, D- 7967 Saulgau, 83, (1992) Nr. 6), Die Thiole werden hierbei zunächst in einem geeigneten Lösungsmittel, wie z.B. chlorierte Kohlenwasserstoffe, Alkane oder Alkohole, gelöst und dann, beispielsweise durch einfaches Eintauchen der zu behandelnden Silberoberflächen in die Lösung, auf die Oberflächen aufgebracht. Um die Neigung zu eventuell auftretenden unerwünschten Auskristallisationen zu verhindern, werden die entsprechend behandelten Oberflächen anschließend noch gespült, meist im gleichen Lösungsmittel, in dem das Thiol im Passivierungsmittel vorliegt. Die Thiolbeschichtungen können auch aus Emulsionen auf Wasserbasis auf die Silberoberflächen aufgebracht werden. Wässrige Emulsionen sind zwar unter Umweltgesichtspunkten zu bevorzugen, gute Thiolbeschichtungen lassen sich jedoch mit ihnen üblicherweise nur am schwierigsten erreichen.

[0004] Um ein unerwünschtes Anlaufen von Silber- und Kupferoberflächen zu verhindern, ist es aus der EP 0 492 487 B1 bekannt, die Oberflächen durch Aufbringen einer wässrigen Emulsion mit einem pH-Wert von 1 - 10 und anschließendes Abspülen mit Wasser zu passivieren. Die Temperaturen der Emulsion und des Wassers werden hierbei so gewählt, dass sie oberhalb bzw. unterhalb des Inhibitor-Schmelzpunktes liegen. Die bekannte Emulsion umfasst 2 bis 20 g/l eines Emulgators, 2 bis 20 g/l eines hydrophoben Inhibitors und 0 bis 2 g/l eines anionischen oder nicht-ionischen Tensids. Der Emulgator stammt aus der Gruppe der verzweigten alkoxylierten - vorzugsweise ethoxylierten - Fettalkohole

mit- 4 bis 20 C-Atomen und einem Alkoxylierungsgrad von 2 bis 10. Als Initiator wird eine langkettige aliphatische Thio-Verbindung mit mindestens einer SH-Gruppe und mindestens 12 C-Atomen aus der Gruppen der Thioalkohole und deren Veresterungsprodukten verwendet.

[0005] Die WO 2004/087996 A offenbart ein Anlaufschutzmittel für Silber-Germanium-Legierungen, das Wasser, eine Thiol- oder Sulfidverbindung und eine Mischung aus anionischen- und nicht-ionischen Tensiden enthält. Als geeignete nicht-ionische Tenside werden auch Kondensationsprodukte von verzweigten oder unverzweigten C₈ - C₂₂ Fettalkoholen mit Ethylenoxid genannt.

[0006] Die GB-A-1 217 414 offenbart ein Behandlungsmittel für Silberoberflächen mit einer Säure, die so gewählt wird, dass sie zwar stärker ist als Schwefelwasserstoffsäure, das zu behandelnde Silber in wässriger Lösung jedoch nicht angreift, einer komplexbildenden Verbindung, die mit Silberionen einen löslichen Komplex bildet und 0,5 - 2 Gew.-% einer Thiolverbindung, die so gewählt wird, dass sie auf der zu behandelnden Silberoberfläche eine transparente, farblose Schutzschicht ausbildet. Dieses bekannte Behandlungsmittel kann auch einen ethoxylierten Fettalkohol als Emulgator für die Thiolverbindung enthalten. Alternativ oder ergänzend hierzu kann auch ein geeigneter Alkohol, wie z.B. Isopropylalkohol, als Lösungsmittel für die Thiolverbindung verwendet werden.

[0007] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht in der Schaffung eines neuartigen, verbesserten Passivierungs- und Schmiermittels für Gold-, Silber- und Kupferoberflächen sowie für entsprechende Legierungsoberflächen, das nicht nur sehr einfach, kostengünstig und schnell herzustellen sowie bequem und gefahrlos anzuwenden ist, sondern auch einen dauerhaften und zuverlässigen Anlaufschutz gewährleistet. Das gesuchte Mittel soll möglichst umweltverträglich sein und sich insbesondere auch für elektrische oder elektronische Anwendungen eignen. Es soll daher nicht nur eine möglichst dünne und stabile Passivierungsschicht ausbilden, sondern auch zu einer merklichen Verringerung des Reibungswertes von Gold-, Silber- und Kupferoberflächen sowie von entsprechenden Legierungsoberflächen führen, ohne eine Erhöhung des Kontaktwiderstandes zu bewirken. Die Aufgabe besteht auch in der Schaffung eines Herstellungsverfahrens für das gesuchte Mittel und eines Verfahrens zu seiner Anwendung.

[0008] Diese Aufgabe wird durch ein Passivierungs- und Schmiermittel nach Anspruch 1, ein Herstellungsverfahren nach Anspruch 10 und ein Anwendungsverfahren nach Anspruch 14 gelöst. Bevorzugte Ausführungsformen bzw. Verfahrensvarianten sind den jeweils zugehörigen Unteransprüchen zu entnehmen.

[0009] Das erfindungsgemäße Passivierungs- und Schmiermittel ist eine wässrige Emulsion mit zumindest einem unverzweigten Fettalkohol als Emulgator. Der Emulgator umfasst hierbei einen oder mehrere C₈ - C₁₆ Fettalkohole mit 6 - 10 Ethoxyeinheiten, vorzugsweise

C₁₂ - C₁₄ Fettalkohole mit etwa 8 - 10, insbesondere 8 Ethoxyeinheiten. Seine Konzentration beträgt vorzugsweise etwa 25 - 35 g/l, insbesondere etwa 25 - 30 g/l.

[0010] In dieser wässrigen Emulsion ist ein Inhibitor gelöst, der eine organische hydrophobe Thiolverbindung, vorzugsweise ein Hexa- und/oder Octadecanthal, umfasst. Seine Konzentration beträgt vorzugsweise etwa 6 - 12 g/l, insbesondere etwa 8 - 10 g/l.

[0011] Der pH-Wert der erfindungsgemäßen Emulsion liegt typischerweise zwischen etwa 4 und 9, insbesondere zwischen etwa 6 und 7.

[0012] Die Einsatztemperatur der erfindungsgemäßen Emulsion beim Behandeln eines zu passivierenden Teils oder Werkstücks beträgt vorzugsweise etwa 42 - 49 °C, wobei sich ein Temperaturwert von etwa 46 °C als besonders günstig erweist.

[0013] Zur Herstellung dieses erfindungsgemäßen Passivierungs- und Schmiermittels wird zunächst der Emulgator in Wasser, insbesondere entionisiertes Wasser (DI-Wasser), gelöst. Diese Lösung wird nun gründlich durchmischt und vorzugsweise auf eine Temperatur von etwa 42 - 49 °C erwärmt. Gegebenenfalls kann der Emulgator jedoch auch in bereits entsprechenderwärmtes Wasser eingerührt werden. Anschließend wird der Inhibitor zugegeben. Die entstehende Lösung wird dann so lange weiter durchmischt, bis eine gleichmäßige, milchige, einsatzbereite Emulsion entsteht. Gegebenenfalls kann das Erwärmen auch erst nach Zugabe des Inhibitors erfolgen oder unter Umständen auch ganz entfallen.

[0014] Der Emulgator wird hierbei vorzugsweise zunächst nur in etwa 85 - 95 %, insbesondere etwa 90 %, der erforderlichen Wassermenge gelöst. Die restliche Wassermenge wird erst nach der erfolgter Zudosierung des Inhibitors zugegeben.

[0015] Zu passivierende Oberflächen werden vor einer Behandlung mit dem erfindungsgemäßen Passivierungs- und Schmiermittel vorzugsweise zunächst erst entfettet und gereinigt, um eventuell anhaftendes Fett und unerwünschte Oxidschichten zu beseitigen. Hinreichend saubere Oberflächen, wie z.B. frisch versilberte und gespülte Oberflächen, können jedoch auch ohne zusätzliche Entfettung und Reinigung direkt auf die nachstehend beschriebene erfindungsgemäße Art und Weise behandelt werden.

[0016] Die sauberen Oberflächen werden hierbei zunächst auf an sich bekannte Art und Weise mit dem erfindungsgemäßen Passivierungs- und Schmiermittel behandelt und anschließend mit Wasser abgespült. Die Temperatur des Passivierungsmittels wird hierbei so gewählt, dass sie oberhalb des Inhibitor-Schmelzpunktes liegt. Im Unterschied zum bekannten Stand der Technik wird erfindungsgemäß auch die Temperatur des Wassers so gewählt, dass sie oberhalb des Inhibitor-Schmelzpunktes liegt.

[0017] Für das Passivierungsmittel hat sich eine Einsatz- oder Behandlungstemperatur zwischen etwa 42 und 49 °C als besonders vorteilhaft erwiesen, wobei der optimale Temperaturwert bei etwa 46 °C liegt. Zur Er-

wärmung des Passivierungs- und Schmiermittels auf die gewünschte Einsatztemperatur kann eine geeignete Heizeinrichtung, wie z.B. ein einfacher Tauchwärmer, aus Titan, Quarz oder Teflon, verwendet werden. Zum Abspülen wird vorzugsweise Wasser mit einer Temperatur von etwa 55 - 65 °C verwendet.

[0018] Das Behandeln der Oberflächen umfasst vorzugsweise ein erstes Eintauchen in das Passivierungs- und Schmiermittel für typischerweise etwa 7 s - 2 min, insbesondere etwa 7 s - 30 s; da sich hierdurch eine besonders zuverlässige und dauerhafte Passivierung erreichen lässt. Bei speziellen Anwendungen können sich jedoch gegebenenfalls auch längere Eintauchzeiten als zweckmäßig verweisen. Für das erfindungsgemäße Passivierungs- und Schmiermittel wird hierbei vorzugsweise ein Badbehälter aus Polyethylen, Polypropylen, Hart-PVC oder dergleichen verwendet. Zur Gewährleistung einer guten Passivierung beim Eintauchen werden die zu behandelnden Teile vorzugsweise in dem Passivierungsmittel hin und her bewegt. Alternativ oder ergänzend hierzu kann jedoch auch durch Anregung einer geeigneten Flüssigkeitsbewegung im Behandlungsbad eine Relativbewegung zwischen den Oberflächen und dem Passivierungs- und Schmiermittel erzeugt werden.

[0019] Das Behandeln der Oberflächen kann jedoch gegebenenfalls auch ein Besprühen oder Anstreichen mit dem erfindungsgemäßen Passivierungsmittel und Schmiermittel umfassen oder mittels eines sonstigen geeigneten Aufbringungsverfahrens für wässrige Emulsionen erfolgen.

[0020] Das Spülen umfasst vorzugsweise einen ersten Spülgang bei einer Wassertemperatur von etwa 55 - 65 °C. Die Oberflächen können hierbei beispielsweise einfach für etwa 5 - 10 s in eine Standspüle getaucht werden. Die in die erste Sparspüle eingetragene Substanz kann zur Ergänzung des Prozessbades genutzt werden.

[0021] Die Oberflächen können anschließend - noch ein zweites Mal, beispielsweise in einer Fließspüle, mit Wasser nachgespült werden, das etwa Raumtemperatur besitzt.

[0022] Gebrauchtes Spülwasser kann zur Reinigung einer Cyanidentgiftung mit anschließender Neutralisation unterzogen werden.

[0023] Die passivierten Oberflächen werden abschließend vorzugsweise noch mit Heißluft oder durch Abblasen mit Druckluft getrocknet. Das Trocknen kann beispielsweise für etwa 4 - 6 min bei etwa 75 - 85 °C in einer Zentrifuge erfolgen.

[0024] Die Qualität der aufgetragenen Passivierungsschicht kann durch ein zweites Eintauchen der Oberflächen in eine Ammoniumsulfidlösung getestet werden. Die passivierten Oberflächen dürfen hierbei für eine bestimmte Eintauchzeit nicht anlaufen. Vorzugsweise wird hierbei eine etwa maximal 10 min zuvor angesetzte, etwa 1 - 3 %-ige, aktive Ammoniumsulfidlösung verwendet, in der die Oberflächen für etwa 30 - 45 s nicht anlaufen dürfen. Wenn sich auf den passivierten Oberflächen dunkle Flecken zeigen; sollte das Behandlungs- oder

Passivierungsbad erneuert oder mit Konzentrat ergänzt werden.

[0025] Die erfindungsgemäße Passivierungs- und Schmiermittel zeichnet sich durch sehr gute, dauerhafte und zuverlässige Passivierungs- und Schmiereigenschaften bei sehr kurzen Behandlungszeiten aus. Es ist insbesondere auch für elektrische und elektronische Anwendungen geeignet. Da es auf Wasserbasis hergestellt wird und keine halogenierten Kohlenwasserstoffe oder Chromverbindungen enthält, handelt es sich zudem auch um ein recht umweltfreundliches Produkt. Das Mittel kann vom Anwender durch einfaches Einrühren entsprechender handelsüblicher Inhibitor- und Emulgatorkonzentrate in Wasser gebrauchsfertig gemacht werden und ist daher recht kostengünstig, einfach, schnell und problemlos herstellbar. Es kann durch einfaches Eintauchen, Besprühen oder Anstreichen der Oberflächen aufgebracht werden und ist daher auch leicht und gefahrlos anwendbar.

[0026] Die vorliegende Erfindung wird nachstehend anhand eines bevorzugten erfindungsgemäßen Ausführungsbeispiels noch einmal beispielhaft dargestellt.

[0027] Zum Ansetzen eines erfindungsgemäßen passivierenden Behandlungsbades wird zunächst ein sorgfältig gereinigter Badbehälter aus Polyethylen, Polypropylen, Hart-PVC oder dergleichen mit entionisiertem Wasser (DI-Wasser) gefüllt, wobei jedoch zunächst nur 90 % des gewünschten Behandlungsbad-Gesamtvolumens an Wasser zugegeben wird. Pro Liter Behandlungsbad werden nun als Emulgator 30 ml (d.h. etwa 27 g/l) eines nicht ionischen Tensids zugegeben, das aus einer definierten Mischung von unverzweigten C_{12} - C_{14} Fettalkoholen mit jeweils 8 Ethoxyeinheiten besteht. Diese Lösung wird dann für etwa 1 h gründlich durchmischt und mittels eines Tauchwärmers aus Titan, Quarz oder Teflon auf 46 °C aufgeheizt oder erwärmt. Pro Liter Behandlungsbad werden nun als Inhibitor 10 ml (d.h. etwa 8 g/l) Hexadecanthal (C₁₆H₃₃SH, Schmelzpunkt: etwa 18 - 20 °C) unter Rühren zugegeben. Die entstehende Lösung wird dann so lange weitergerührt; bis sich eine gleichmäßige milchige Emulsion bildet. Diese wird anschließend durch Zugabe der restlichen 10 % an entionisiertem Wasser auf das Behandlungsbad-Gesamtvolumen aufgefüllt. Der pH-Wert der Emulsion wird durch Zudosierung von Phosphorsäure oder Natronlauge auf einen optimalen Wert zwischen 6 und 7 eingestellt.

[0028] Mit dem angesetzten Behandlungsbad oder der Emulsion können pro Liter etwa 10 m² Oberfläche behandelt werden. Der tatsächliche Verbrauch an Emulsion hängt hierbei von ihrer Zusammensetzung, dem jeweiligen Verfahrensablauf und von der Geometrie der zu behandelnden Teile oder Werkstücke ab.

[0029] Da die Oberflächen der zu passivierenden Teile beim Aufbringen der Passivierungsschicht möglichst Fett- und Oxidfrei sein sollten, werden sie zunächst gereinigt. Frisch versilberte oder vergoldete, saubere Oberflächen können jedoch auch direkt behandelt werden.

[0030] Die sauberen Teile oder Werkstücke werden

zum Aufbringen der gewünschten Passivierungsschicht für eine bestimmte Behandlungszeit in das Behandlungsbad oder die Emulsion eingetaucht. Diese Behandlungszeit wird hierbei je nach Geometrie der Teile geeignet gewählt. Sie beträgt typischerweise etwa 7 - 30 s. In Ausnahmefällen können sich zur Erreichung einer ordnungsgemäßen Passivierung jedoch auch längere Behandlungszeiten von bis zu etwa 2 min als erforderlich erweisen. Zur Verbesserung des Oberflächenkontaktes werden die Teile beim Eintauchen in das Behandlungsbad hin und her bewegt. Alternativ oder ergänzend hierzu kann jedoch auch durch Anregung einer Badströmung eine Relativbewegung zwischen dem Behandlungsbad und den zu behandelnden Teilen erzeugt werden.

[0031] Nach erfolgter Behandlung im Behandlungsbad werden die Teile zunächst noch für etwa 5 - 10 s in eine Standspüle mit 60 °C warmem Wasser eingetaucht und dann anschließend in einer Fließspüle bei Raumtemperatur mit Wasser nachgespült.

[0032] Die gespülten Teile werden dann abschließend noch etwa 5 min bei etwa 80 °C für in einer Zentrifuge getrocknet. Das Trocknen kann jedoch beispielsweise auch durch Abblasen der Oberflächen mit Druckluft oder durch ein sonstiges geeignetes herkömmliches Trocknungsverfahren erfolgen.

[0033] Zur Überprüfung der erfolgten Passivierung werden die behandelten Teile schließlich noch strichprobenartig in eine maximal 10 min zuvor angesetzte 2 %-ige aktive Ammoniumsulfidlösung eingetaucht, in der sie innerhalb von 45 s nicht anlaufen dürfen.

[0034] Durch das beschriebene erfindungsgemäße Passivierungsverfahren bildet sich auf Gold-, Silber- oder Kupferoberflächen ein sehr dünner, festhaftender, durchsichtiger, dauerhafter Schutzfilm, durch den sie mehrer Monate zuverlässig gegen Anlaufen geschützt werden. Der Glanz und die Farbe der Oberflächen bleiben auch nach der erfindungsgemäßen Passivierung erhalten. Die guten Materialeigenschaften der Teile, wie z.B. der Kontaktwiderstand und die Leitfähigkeit, werden hierbei nur geringfügig geändert.

[0035] Der aufgebrauchte passivierende Schutzfilm besitzt auch gute Schmiereigenschaften, was beispielsweise insbesondere bei bestimmten elektrischen Steckverbindern von großem Vorteil ist. Durch den aufgebrauchten passivierenden Schutzfilm lassen sich daher die Steck- und Ziehkräfte bei elektrischen Steckverbindern deutlich vermindern.

[0036] Das Spülwasser, das sich durch Verschleppung mit Silber- und Cyanidionen anreichern kann, wird nach Gebrauch einer Cyanidentgiftung mit anschließender Neutralisation unterzogen. Die verbrauchte Emulsion hingegen wird einer Abwasserbehandlung zugeführt.

55 Patentansprüche

1. Passivierungs- und Schmiermittel zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 14 - 30

- bestehend aus einer organischen hydrophoben Thiolverbindung als Inhibitor und einem wasserlöslichen Emulgator, die in Wasser emulgiert sind, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Emulgator nur einen oder mehrere unverzweigte ethoxylierte Fettalkohole, mit 8 - 16 C-Atomen und 6 - 10 Ethoxyeinheiten umfaßt.
2. Passivierungs- und Schmiermittel nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Emulgator nur einen oder mehrere unverzweigte ethoxylierte Fettalkohole mit 12 - 14 C-Atomen und 8 Ethoxyeinheiten umfaßt.
 3. Passivierungs- und Schmiermittel nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Konzentration des Emulgators 25 - 35 g/l beträgt.
 4. Passivierungs- und Schmiermittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Inhibitor Hexa- und/oder Octadecanthiol umfaßt.
 5. Passivierungs- und Schmiermittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Konzentration des Inhibitors 6 - 12 g/l beträgt.
 6. Passivierungs- und Schmiermittel nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Konzentration des Inhibitors 8 - 10 g/l beträgt.
 7. Passivierungs- und Schmiermittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der pH-Wert 4 - 9 beträgt.
 8. Passivierungs- und Schmiermittel nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** der pH-Wert 6 - 7 beträgt.
 9. Passivierungs- und Schmiermittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche; **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur 42 - 49 °C beträgt.
 10. Verfahren zur Herstellung des Passivierungs- und Schmiermittels nach einem der vorhergehenden Ansprüche durch:
 - Lösen des Emulgators in Wasser;
 - Zugabe des Inhibitors; und
 - Durchmischen der Lösung,
- wobei der Emulgator zunächst nur in 85 - 95 % der Wassermenge gelöst und das - restliche Wasser erst nach dem Inhibitor zugegeben wird:
11. Verfahren nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Wasser oder die Emulsion auf 42 - 49 °C erwärmt wird.
 12. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, **dass** der pH-Wert des Passivierungs- und Schmiermittels durch Zudosierung von Phosphorsäure oder Natronlauge auf einen Wert von 4 - 9 eingestellt wird.
 13. Verfahren nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** der pH-Wert auf einen Wert von 6 - 7 eingestellt wird.
 14. Verfahren zum Passivieren und Schmieren von Gold-, Silber- und Kupferoberflächen sowie von entsprechenden Legierungsoberflächen, durch Behandlung der Oberflächen mit dem Passivierungs- und Schmiermittel nach einem der Ansprüche 1 - 9 und anschließendes erstes Spülen der Oberflächen mit Wasser, wobei die Temperaturen des Passivierungsmittels und des Wassers oberhalb des Inhibitor-Schmelzpunktes liegen.
 15. Verfahren nach Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Behandlung der Oberflächen ein erstes Eintauchen in das Passivierungs- und Schmiermittel umfasst.
 16. Verfahren nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Eintauchzeit 7 s - 2 min beträgt.
 17. Verfahren nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Eintauchzeit 7s - 30 s beträgt.
 18. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 - 17, **dadurch gekennzeichnet, dass** beim Eintauchen eine Relativbewegung zwischen den Oberflächen und dem Passivierungs- und Schmiermittel erzeugt wird.
 19. Verfahren nach einem der Ansprüche 15-18, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur des Passivierungs- und Schmiermittels mittels eines Tauchwärmers aus Titan, Quarz oder Teflon eingestellt wird.
 20. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 - 19, **dadurch gekennzeichnet, dass** das erste Spülen bei 55 - 65 °C erfolgt.

21. Verfahren nach Anspruch 20,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Oberflächen zum ersten Spülen für 5 - 10 s in eine- Standspüle getaucht werden. 5
22. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 - 21,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Oberflächen anschließend noch ein zweites Mal mit Wasser gespült werden, das Raumtemperatur besitzt. 10
23. Verfahren nach Anspruch 22,
dadurch gekennzeichnet,
dass das zweite Spülen in einer Fließspüle erfolgt. 15
24. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 - 23,
dadurch gekennzeichnet,
dass gebrauchtes Spülwasser einer Cyanidentgiftung mir anschließender Neutralisation unterzogen wird. 20
25. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 - 24,
dadurch gekennzeichnet,
dass die behandelten Oberflächen abschließend noch mit Heißluft oder durch Abblasen mit Druckluft getrocknet werde 25
26. Verfahren nach Anspruch 25,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Oberflächen bei 75 - 85 °C für 4 - 6 min in einer Zentrifuge getrocknet werden. 30
27. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 - 26,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Passivierung der Oberflächen durch ein zweites Eintauchen in eine Ammoniumsulfidlösung getestet wird. 35
28. Verfahren nach Anspruch 27,
dadurch gekennzeichnet,
dass die zweite Eintauchzeit 30 - 45 s beträgt. 40
29. Verfahren nach Anspruch 27 oder 38,
dadurch gekennzeichnet,
dass eine 1 - 3 %-ige aktive Ammoniumsulfidlösung verwendet wird. 45
30. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 - 29,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Oberflächen vor der Behandlung mit dem Passivierungs- und Schmiermittel zunächst entfettet und gereinigt werden. 50
- Claims** 55
1. Passivator and lubricant for carrying out the process according to any of Claims 14 - 30, which comprises an organic hydrophobic thiol compound as inhibitor and a water-soluble emulsifier which are emulsified in water, **characterized in that** the emulsifier comprises only one or more unbranched ethoxylated fatty alcohols having 8 - 16 carbon atoms and 6 - 10 ethoxy units.
2. Passivator and lubricant according to Claim 1, **characterized in that** the emulsifier comprises only one or more unbranched ethoxylated fatty alcohols having 12 - 14 carbon atoms and 8 ethoxy units.
3. Passivator and lubricant according to Claim 1 or 2, **characterized in that** the concentration of the emulsifier is 25 - 35 g/l.
4. Passivator and lubricant according to any of the preceding claims, **characterized in that** the inhibitor comprises hexadecanethiol and/or octadecanethiol.
5. Passivator and lubricant according to any of the preceding claims, **characterized in that** the concentration of the inhibitor is 6 - 12 g/l.
6. Passivator and lubricant according to Claim 5, **characterized in that** the concentration of the inhibitor is 8 - 10 g/l.
7. Passivator and lubricant according to any of the preceding claims, **characterized in that** the pH is 4 - 9.
8. Passivator and lubricant according to Claim 7, **characterized in that** the pH is 6 - 7.
9. Passivator and lubricant according to any of the preceding claims, **characterized in that** the temperature is 42 - 49°C.
10. Process for producing the passivator and lubricant according to any of the preceding claims by:
- dissolving the emulsifier in water;
 - adding the inhibitor; and
 - mixing the solution,
- wherein the emulsifier is firstly dissolved in only 85 - 95% of the amount of water and the remaining water is added only after the inhibitor.
11. Process according to Claim 10, **characterized in that** the water or the emulsion is heated to 42 - 49°C.
12. Process according to Claim 10 or 11, **characterized in that** the pH of the passivator and lubricant is set to a value of 4 - 9 by addition of phosphoric acid or sodium hydroxide.
13. Process according to Claim 12, **characterized in**

that the pH is set to a value of 6 - 7.

14. Process for the passivation and lubrication of gold, silver and copper surfaces and also corresponding alloy surfaces by treatment of the surfaces with the passivator and lubricant according to any of claims 1 - 9 and the subsequent first rinsing of the surfaces with water, wherein the temperatures of the passivator and of the water are above the melting point of the inhibitor. 5
15. Process according to Claim 14, **characterized in that** the treatment of the surfaces comprises a first dipping into the passivator and lubricant. 10
16. Process according to Claim 15, **characterized in that** the immersion time is 7 s - 2 min. 15
17. Process according to Claim 16, **characterized in that** the immersion time is 7 s - 30 s. 20
18. Process according to any of Claims 15 - 17, **characterized in that** relative motion between the surfaces and the passivator and lubricant is generated during dipping. 25
19. Process according to any of Claims 15 - 18, **characterized in that** the temperature of the passivator and lubricant is set by means of an immersion heater composed of titanium, fused silica or Teflon. 30
20. Process according to any of Claims 14 - 19, **characterized in that** the first rinsing is carried out at 55 - 65°C. 35
21. Process according to Claim 20, **characterized in that** the surfaces are dipped into a static rinsing bath for 5 - 10 s for the first rinsing. 40
22. Process according to any of Claims 14 - 21, **characterized in that** the surfaces are subsequently rinsed a second time with water which is at room temperature. 45
23. Process according to Claim 22, **characterized in that** the second rinsing is carried out in flowing water. 50
24. Process according to any of Claims 14 - 23, **characterized in that** used rinsing water is subjected to cyanide detoxification with subsequent neutralization. 55
25. Process according to any of Claims 14 - 24, **characterized in that** the treated surfaces are subsequently dried by means of hot air or by blowing-off with compressed air.
26. Process according to Claim 25 **characterized in**

that the surfaces are dried at 75 - 85°C in a centrifuge for 4 - 6 min.

27. Process according to any of Claims 14 - 26, **characterized in that** the passivation of the surfaces is tested by means of a second dipping into ammonium sulphide solution.
28. Process according to Claim 27, **characterized in that** the second immersion time is 30 - 45 s.
29. Process according to Claim 27 or 28, **characterized in that** a 1 - 3% strength active ammonium sulphide solution is used.
30. Process according to any of Claims 14 - 29, **characterized in that** the surfaces are firstly degreased and cleaned before the treatment with the passivator and lubricant.

Revendications

1. Agent de passivation et de lubrification pour la réalisation du procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 30, constitué d'un composé de thiol organique hydrophobe en tant qu'inhibiteur et d'un émulsifiant soluble dans l'eau, qui sont émulsifiés dans de l'eau, **caractérisé en ce que** l'émulsifiant comprend uniquement un ou plusieurs alcools gras éthoxylés non ramifiés comportant 8 à 16 atomes C et 6 à 10 unités éthoxy.
2. Agent de passivation et de lubrification selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'émulsifiant comprend uniquement un ou plusieurs alcools gras éthoxylés non ramifiés comportant 12 à 14 atomes C et 8 unités éthoxy.
3. Agent de passivation et de lubrification selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que** la concentration de l'émulsifiant est de 25 à 35 g/l.
4. Agent de passivation et de lubrification selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'inhibiteur comprend de l'hexa- et/ou octadécane-thiol.
5. Agent de passivation et de lubrification selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la concentration de l'inhibiteur est de 6 à 12 g/l.
6. Agent de passivation et de lubrification selon la revendication 5, **caractérisé en ce que** la concentration de l'inhibiteur est de 8 à 10 g/l.
7. Agent de passivation et de lubrification selon l'une

- quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le pH est de 4 à 9.
8. Agent de passivation et de lubrification selon la revendication 7, **caractérisé en ce que** le pH est de 6 à 7. 5
9. Agent de passivation et de lubrification selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la température est de 42 à 49 °C. 10
10. Procédé de fabrication de l'agent de passivation et de lubrification selon l'une quelconque des revendications précédentes par : 15
- dissolution de l'émulsifiant dans de l'eau ;
 - ajout de l'inhibiteur ; et
 - mélange de la solution,
- l'émulsifiant n'étant tout d'abord dissous que dans 85 à 95 % de la quantité d'eau et l'eau résiduelle n'étant ajoutée qu'après l'inhibiteur. 20
11. Procédé selon la revendication 10, **caractérisé en ce que** l'eau ou l'émulsion est portée à 42 à 49 °C. 25
12. Procédé selon la revendication 10 ou 11, **caractérisé en ce que** le pH de l'agent de passivation et de lubrification est ajusté à une valeur de 4 à 9 par ajout d'acide phosphorique ou de soude caustique. 30
13. Procédé selon la revendication 12, **caractérisé en ce que** le pH est ajusté à une valeur de 6 à 7.
14. Procédé de passivation et de lubrification de surfaces en or, argent et cuivre, ainsi que de surfaces en alliages correspondants, par traitement des surfaces avec l'agent de passivation et de lubrification selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, puis par un premier rinçage des surfaces avec de l'eau, les températures de l'agent de passivation et de l'eau étant supérieures au point de fusion de l'inhibiteur. 35 40
15. Procédé selon la revendication 14, **caractérisé en ce que** le traitement des surfaces comprend une première immersion dans l'agent de passivation et de lubrification. 45
16. Procédé selon la revendication 15, **caractérisé en ce que** le temps d'immersion est de 7 s à 2 min. 50
17. Procédé selon la revendication 16, **caractérisé en ce que** le temps d'immersion est de 7 s à 30 s.
18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 15 à 17, **caractérisé en ce que** lors de l'immersion, un mouvement relatif entre les surfaces et l'agent de passivation et de lubrification est généré. 55
19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 15 à 18, **caractérisé en ce que** la température de l'agent de passivation et de lubrification est ajustée par un dispositif de chauffage par immersion en titane, quartz ou téflon.
20. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 19, **caractérisé en ce que** le premier rinçage a lieu à 55 à 65 °C.
21. Procédé selon la revendication 20, **caractérisé en ce que** les surfaces sont plongées dans un milieu de rinçage statique pendant 5 à 10 s pour le premier rinçage.
22. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 21, **caractérisé en ce que** les surfaces sont ensuite rincées une seconde fois avec de l'eau, qui se trouve à température ambiante.
23. Procédé selon la revendication 22, **caractérisé en ce que** le second rinçage a lieu dans un milieu de rinçage en écoulement.
24. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 23, **caractérisé en ce que** l'eau de rinçage usagée est soumise à une décontamination du cyanure avec neutralisation ultérieure.
25. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 24, **caractérisé en ce que** les surfaces traitées sont ensuite séchées avec de l'air chaud ou par ventilation avec de l'air comprimé.
26. Procédé selon la revendication 25, **caractérisé en ce que** les surfaces sont séchées à 75 à 85 °C pendant 4 à 6 min dans une centrifugeuse.
27. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 26, **caractérisé en ce que** la passivation des surfaces est testée par une seconde immersion dans une solution de sulfure d'ammonium.
28. Procédé selon la revendication 27, **caractérisé en ce que** le second temps d'immersion est de 30 à 45 s.
29. Procédé selon la revendication 27 ou 28, **caractérisé en ce qu'**une solution de sulfure d'ammonium active à 1 à 3 % est utilisée.
30. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 à 29, **caractérisé en ce que** les surfaces sont tout d'abord dégraissées et nettoyées avant le traitement avec l'agent de passivation et de lubrification.

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 0492487 B1 [0004]
- WO 2004087996 A [0005]
- GB 1217414 A [0006]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- **von D. Kartlüke ; R. R. Scholz ; M. J. Funk ; M. E. Baumgärtner.** Anlaufschutz und Reibminderung mit Thiolen auf Silberoberflächen. *Galvanotechnik, D-7967 Saulgau*, vol. 83 (6 [0003])