



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 20.03.73 (P. 161 370)

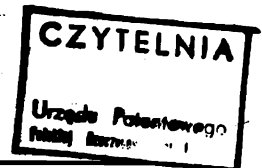
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.01.75

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1977

MKP C23b 5/28

Int. Cl.² ³⁵ C23D 3/48



Twórcy wynalazku: Jan Socha, Sławomir Safarzyski

Uprawniony z patentu: Instytut Mechaniki Precyzyjnej, Warszawa
(Polska)

**Sposób złocenia elementów wykonanych,
zwłaszcza ze stopu żelaza z niklem i kobaltem**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób złocenia elementów wykonanych zwłaszcza ze stopu żelaza z niklem i kobaltem, na przykład przepustów tranzystorowych oraz elementów półprzewodnikowych.

Elementy takie, jak przepusty tranzystorowe muszą mieć równą i gładką powierzchnię podłoża przed nakładaniem powłoki, ponieważ nakładana powłoka o grubości niewiele przekraczającej zakres 2 mikrometrów odwzorowuje bardzo dokładnie stan powierzchni podłoża.

W związku z tym otrzymywanie tego rodzaju wyrobów napotyka na bardzo duże trudności przy nakładaniu powłok, zwłaszcza przy wykonywaniu złocenia elementów wykonanych ze stopów żelaza z niklem i kobaltem.

Znane jest z polskiego opisu patentowego nr 65 160, wytwarzanie powłok ze złota na elementach wykonanych ze stopów żelaza z niklem i kobaltem, które polega na nakładaniu między warstwy złota o grubości 0,2 mikrometra, sposobem elektrolitycznym, w kąpeli zawierającej cyjanozłocian potasu w ilości 2 do 4 g/l, kwas cytrynowy w ilości 50 g/l, chlorek amonu w ilości 75 g/l i podfosforyn sodu w ilości 10 g/l. Następnie nakłada się sposobem chemicznym zasadniczą powłokę ze złota w kąpeli o tym samym składzie. Sposób ten daje dobre wyniki, wymaga jednak bardzo dokładnej i czystej pracy przy złoceniu, bowiem nawet niewielkie zanieczyszczenie kąpeli jonami metali obcych, zwłaszcza grupy żelaza, powoduje

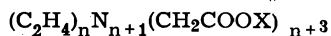
2

zatrucie kąpeli do bezprądowego złocenia, w wyniku czego obniża się wydajność procesu złocenia.

Znane jest ponadto z opisów patentowych francuskich nr 1 331 064 i nr 1 331 065, stosowanie kąpeli opartej na cyjanozłocienie z dodatkiem kwasu fosforowego lub polifosforowego o pH 3-6, oraz kąpeli fosforanowej zawierającej 0,5 do 20 g/l cyjanozłocienu, 5 do 200 g/l kwasu fosforowego i 35 mg/l do 100 g/l kationu metalu obcego, pracującej w zakresie pH 3-6.

Metal Industry, 1961, 99 nr 5, 90 — 2 podaje, że znane są kąpiele fosforanowe, oparte tylko na fosforanach z dodatkiem kationu metalu współosadzającego się ze złotem.

Sposób złocenia według wynalazku, elementów wykonanych zwłaszcza ze stopów żelaza z niklem i kobaltem, polega na dwukrotnym nakładaniu powłoki, przy czym wstępnie nakłada się powłokę ze złota w kąpeli pracującej w słabokwaśnym roztworze pH 3-5, zawierającym 4 do 5 g/l złota w postaci cyjanozłocianu potasowego 10-100 g/l hydroksykwasy alifatycznego oraz 0,5 do 50 g/l pochodnej kwasu sulfonowego, zawierającego grupę aminową. Powłokę zasadniczą nakłada się w kąpeli fosforanowej pracującej w obojętnym roztworze pH 6,5-7,5, zawierającym 30 g/l kwaśnego fosforanu amonowego i 30 g/l kwaśnego fosforanu potasowego, do której dodaje się w ilości 10 do 150 g/l, pochodne kwasu jedno- lub więcej aminooctowego o wzorze



w którym X zastępuje H lub metal z grupy potasowców, a $n=1,2,3,4$.

Sposób według wynalazku polega na tym, że elementy po przeprowadzeniu odtłuszczenia, płukania, trawienia i powtórnego płukania poddaje się złoceniu wstępnemu.

W pierwszym etapie nakłada się podkład złota o grubości rzędu maksimum 0,2 mikrometra w kąpieli silnie aktywującej metal podłoża, bez naruszenia struktury krystalicznej warstwy wierzchniej, przed nałożeniem w następnym etapie, w kąpieli obojętnej, właściwej warstwy czystego złota.

Drugi etap złocenia prowadzi się w kąpieli fosforanowej, pracującej w obojętnym zakresie pH 6,5—7,5, do której wprowadza się dodatkowo pochodne kwasu jedno- lub więcej aminooctowego. Dodatek ten w kąpieli do złocenia ma dwójakie działanie. Jest silnie kompleksującym metale grupy żelaza, które z tego związku są elektrolitycznie nieredukowalne i kąpiel nie jest wrażliwa na ewentualne zanieczyszczenie tymi metalami. Drugie pozytywne działanie tego związku polega na jego działaniu powierzchniowym, hamującym wzrost kryształów wydzielanego złota, w związku z czym otrzymuje się powłoki drobnokrystaliczne bardzo szczelne i gładkie.

Przykład: Przepusty tranzystorowe po odtłuszczeniu opłukano i przeniesiono na przeciąg 15 sekund do konwencjonalnej kąpieli trawiącej a następnie wypłukano w wodzie bieżącej i destylowanej. Po tych operacjach przepusty złociono wstępnie w kąpieli o składzie 5 g/l cyjanozłocinu potasowego, 20 g/l kwasu maleinowego i 5 g/l kwasu

7-amino-1-naftolo-3-sulfonowego, przy czym pH kąpieli ustalono wodorotlenkiem potasowym do wartości 4. Złożono przy gęstości prądu 0,2 A/dm² przez 10 minut. Uzyskano grubość powłoki 0,2 mikrometra. Po dwukrotnym wypłukaniu w wodzie destylowanej (płukanie odczyszczające) i płukanie w wodzie bieżącej i destylowanej, prowadzono zasadnicze złocenie w kąpieli o składzie: 10 g/l cyjanozłocinu potasowego, 10 g/l kwaśnego fosforanu amonowego, 15 g/l kwaśnego potasowego i 60 g/l kwasu dwuetylenotrójaminopięciocowego, o pH kąpieli 7,0. Czas osadzania 30 minut.

Grubość powłoki 2,2 mikrometra osiągnięto w tym czasie przy gęstości prądu 0,2 A/dm².

Zastrzeżenie patentowe

Sposób złocenia elementów wykonanych, zwłaszcza ze stopu żelaza z niklem i kobaltem, polegający na dwukrotnym nakładaniu powłoki, **znamienny tym**, że wstępnie nakłada się powłokę ze złota w kąpieli pracującej w słabokwaśnym zakresie o pH 3-5, zawierającej 4 do 5 g/l złota w postaci cyjanozłocinu potasowego, 10 do 100 g/l hydroksykwasu alifatycznego oraz 0,5 do 50 g/l pochodnej kwasu sulfonowego zawierającego grupę aminową, a następnie prowadzi się złocenie zasadnicze w kąpieli fosforanowej, pracującej w obojętnym zakresie o pH 6,5—7,5 zawierającej 30 g/l kwaśnego fosforanu amonowego i 30 g/l kwaśnego fosforanu potasowego, do której dodaje się pochodne kwasu jedno- lub więcej aminooctowego w ilości 10 do 150 g/l o wzorze $(C_2H_4)_n N_{n+1} (CH_2COOX)_{n+3}$, w którym X zastępuje H lub metal z grupy potasowców, a $n=1,2,3,4$.