



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

1571 84

Int.Cl.³

3(51) C 01 G 3/10

C 25 D 3/38

MIT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

1) WP C 01 G/ 2268 583

(22) 07.01.81

(44) 20.10.82

1) siehe (72)

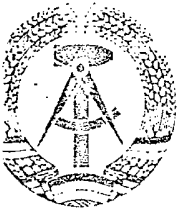
2) REICHE, GUENTER; KOEHN, SABINE; LANGE, WOLFGANG; DD;

3) siehe (72)

4) J. WIELAND, VEB NUMERIK "K.-MARX", 9010 K.-MARX-STADT, BORNAERSTR. 205

1) VERFAHREN ZUR AUFBEREITUNG UND NUTZBARMACHUNG VON KUPFERAETZRUECKSTAENDEN

7) Verfahren zur Aufbereitung und Nutzbarmachung von Kupferaetzrueckstaenden, die insbesondere bei der Leiterplattenherstellung unter Verwendung eines Aetzmittels auf Persulfatbasis anfallen. Das Verfahren beinhaltet die Gewinnung und Verwendung von Kupferammoniumsulfat, kathodisch abgeschiedenem Kupfer und schwefelsaurer Loesung fuer Ivanotechnische Zwecke. Die Erfindung bezweckt, den Aufwand fuer die Kupferrueckgewinnung und zur Neutralisation r Aetzrueckstaende zu verringern, um eine oekonomischere Verwendung der Ausgangsstoffe zu erreichen. Zur Vermeidung n Kupferverlusten und Aetzrueckstaenden in Abwaessern wird das nicht mehr reaktionsfaehige Aetzmittel aufgekocht, f Umgebungstemperatur abgekuehlt und danach das kristalline Kupferammoniumsulfat durch Dekantieren herausgeloeset. Das pfer wird durch Elektrolyse aus der gesaettigten Loesung zurueckgewonnen. Die kristalline Phase wird in eßriger Schwefelsaeure geloest und elektrolysiert oder unter Zugabe von Natriumhydroxid, Formaldehyd und liumnatriumtartrat chemisch abgeschieden.



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

1571 84

Int.Cl.³

3(51) C 01 G 3/10

C 25 D 3/38

MT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

1) WP C 01 G/ 2268 583

(22) 07.01.81

(44) 20.10.82

- 1) siehe (72)
2) REICHE, GUENTER; KOEHN, SABINE; LANGE, WOLFGANG; DD;
3) siehe (72)
4) J. WIELAND, VEB NUMERIK "K.-MARX", 9010 K.-MARX-STADT, BORNAERSTR. 205

1) VERFAHREN ZUR AUFBEREITUNG UND NUTZBARMACHUNG VON KUPFERAETZRUECKSTAENDEN

7) Verfahren zur Aufbereitung und Nutzbarmachung von Kupfereaetzrueckstaenden, die insbesondere bei der Leiterplattenherstellung unter Verwendung eines Aetzmittels auf Persulfatbasis anfallen. Das Verfahren beinhaltet die Gewinnung und Verwendung von Kupferammoniumsulfat, kathodisch abgeschiedenem Kupfer und schwefelsaurer Loesung fuer Ivanotechnische Zwecke. Die Erfindung bezweckt, den Aufwand fuer die Kupferrueckgewinnung und zur Neutralisation der Aetzrueckstaende zu verringern, um eine oekonomischere Verwendung der Ausgangsstoffe zu erreichen. Zur Vermeidung von Kupferverlusten und Aetzrueckstaenden in Abwaessern wird das nicht mehr reaktionsfaehige Aetzmittel aufgekocht, auf Umgebungstemperatur abgekuehlt und danach das kristalline Kupferammoniumsulfat durch dekantieren herausgeloest. Das Kupfer wird durch Elektrolyse aus der gesaettigten Loesung zurueckgewonnen. Die kristalline Phase wird in waermerer, waeseriger Schwefelsaeure geloest und elektrolysiert oder unter Zugabe von Natriumhydroxid, Formaldehyd und Natriumtartrat chemisch abgeschieden.

Zur PS Nr. 157.184.....

ist eine Zweitschrift erschienen.

(Teilweise ^{bestaetigt} aufgehoben gem. § 6 Abs. 1 d. Aend. Ges. z. Pat. Ges.)

226858 3

-1-

Titel der Erfindung

Verfahren zur Aufbereitung und Nutzbarmachung von Kupfer-
ätzrückständen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft die Aufbereitung von insbesondere bei der Leiterplattenherstellung anfallenden Ätzrückständen von einem Ätzmittel auf Persulfatbasis zur Gewinnung galvanotechnisch nutzbarer Medien für die galvanische und chemische Kupferabscheidung. Das Verfahren beinhaltet die Gewinnung und Verwendung von Kupferammoniumsulfat, kathodisch abgeschiedenem Kupfer und schwefelsaurer Lösung für galvanotechnische Zwecke.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, zur Kupferätzung, beispielsweise zur Herstellung von Leiterplatten aus kupferkaschiertem Kunststoff, Ammoniumperoxodisulfat als Ätzmittel zu verwenden und dieses nach Verlust seiner Ätzwirkung gegenüber Kupfer

226858 3

-2-

entweder sofort einem Neutralisationssystem zuzuführen und als kupferhydroxidhaltigen Schlamm unter Verwendung von Alkalilauge und/oder Kalk auszufällen oder, um Beimischung anderer Stoffe aus weiteren anfallenden Abwässern zu vermeiden, die Neutralisation gesondert an diesem Medium durchzuführen.

Der Nachteil dieses Verfahrens besteht darin, daß der im Neutralisationsprozeß entstandene Schlamm nur unter großem Aufwand im Sinne einer Kupferrückgewinnung weiterverarbeitet werden kann. Der Kupfer- als auch der Ammoniumgehalt in Abwässern darf jedoch bestimmte Grenzwerte nicht überschreiten. Es ist deshalb sinnvoll die Anreicherung der Galvanikabwässer mit diesen Stoffen auf ein Minimum zu beschränken um einen hohen Neutralisationsaufwand zu vermeiden.

Ziel der Erfindung

Die Erfindung bezweckt, den Aufwand für die Kupferrückgewinnung und zur Neutralisation der Ätزرückstände zu verringern, um eine ökonomischere Verwendung der Ausgangsstoffe zu erreichen.

Wesen der Erfindung

Zur Vermeidung von Kupferverlusten und Ätزرückständen in Abwässern ist es Aufgabe der Erfindung, mit möglichst geringem Aufwand das als Kupferammoniumsulfat in den Ätزرückständen enthaltene Kupfer in eine Form zu überführen, die den Einsatz in einem Galvanisierungsprozeß ermöglicht.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß das Ätzmittel aufgekocht, auf Umgebungstemperatur abgekühlt und

danach das kristalline Kupferammoniumsulfat durch dekantieren herausgelöst wird. Gemäß weiterer Ausbildung ist die Erfindung dadurch gekennzeichnet, daß die zurückbleibende, gesättigte Kupferammoniumsulfatlösung in einem galvanischen Bad zur Kupferrückgewinnung durch Elektrolyse eingesetzt wird. Das kristalline Kupferammoniumsulfat wird in wäßriger Schwefelsäure gelöst und ebenfalls durch Elektrolyse zurückgewonnen. Unter Zugabe von Natriumhydroxid, Formaldehyd und Kaliumnatriumtartrat ist eine chemische Kupferabscheidung möglich.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Bei der Herstellung von Leiterplatten aus kupferkaschiertem Material unter Verwendung von Ammoniumperoxodisulfat als Ätzmittel entstehen Kupferammoniumsulfat und Wasser als Abfallprodukte. Mit diesen Stoffen wird das Ätzmittel während des Prozesses mehr und mehr angereichert und verliert demzufolge seine Ätzwirkung. Um die noch nicht umgesetzten Anteile des Ammoniumperoxodisulfates noch umzusetzen wird das im Normalzustand nicht mehr reaktionsfähige Ätzmittel aufgekocht. Dabei reagieren die Ammoniumperoxodisulfatrete mit beim Ätzzvorgang elementar herausgelösten Kupferbestandteilen. Nach der Abkühlung auf Umgebungstemperatur wird die kristalline Phase des Kupferammoniumsulfates durch dekantieren ausgeschieden. Die zurückbleibende, gesättigte Kupferammoniumsulfatlösung wird als Elektrolyt in einem galvanischen Kupferbad eingesetzt. Unter Zusatz eines schwefelhaltigen Einebners kann bis zur nahezu vollständigen Ausarbeitung des Kupfers elektrolysiert werden. Das Kupfer wird in elementarer Form an der Kathode abgeschieden. An der Anode wird Schwefelsäure gebildet.

Das kristalline Kupferammoniumsulfat wird unter Zugabe von Wasser und Schwefelsäure ebenfalls elektrolysiert. In der Praxis haben sich Zusammensetzungen von 20gl^{-1} bis 35gl^{-1} Kupferammoniumsulfat und 55gl^{-1} bis 60gl^{-1} Schwefelsäure bei einer gewählten Stromdichte von 3Adm^{-2} bewährt. Empfehlenswert ist eine analytische Bestimmung des Kupferammoniumgehaltes jeder Charge als Voraussetzung für die gewünschte Dosierungsgenauigkeit für die Elektrolytzusammensetzung und -regenerierung.

Die Abscheidung des Kupfers aus dem kristallinen Kupferammoniumsulfat kann auch auf chemischem Wege erfolgen. Es zeigt in wässriger Lösung unter Zugabe von Natronlauge, Formaldehyd und Kaliumnatriumtartrat in Anwesenheit von Katalysatoren ein gutes Abscheidungsverhalten von Kupfer am zu verkupfernden Gegenstand. Als vorteilhaft hat sich folgende Zusammensetzung erwiesen:

25gl^{-1} Kupferammoniumsulfat
 14gl^{-1} Natriumhydroxyd
 13gl^{-1} Formaldehyd

Die Dosierung des Kaliumnatriumtartrates erfolgt zu gleichen Äquivalenten wie die des Kupferammoniumsulfates.

Die gezeigten Abläufe lassen sich vorteilhafterweise zur galvanischen Durchkontaktierung zweiseitig bedruckter Leiterplatten anwenden, wobei sich das zurückgewonnene Kupfer bevorzugt an den Wandungen der Bohrungen niederschlägt.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Aufbereitung von bei der Behandlung von Kupfer mit Ammoniumperoxodisulfat anfallenden Ätzresten zur Kupfer- und Chemikalienrückgewinnung, gekennzeichnet dadurch, daß das verbrauchte Ätzmittel aufgekocht, auf Umgebungstemperatur abgekühlt und danach das kristalline Kupferammoniumsulfat durch dekantieren herausgelöst wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die zurückbleibende, gesättigte Kupferammoniumsulfatlösung in einem galvanischen Bad zur Kupfer- und Schwefelsäurerückgewinnung durch Elektrolyse eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das kristalline Kupferammoniumsulfat in wäßriger Schwefelsäure gelöst in einem galvanischen Bad zur Kupferabscheidung eingesetzt wird.
4. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß das Kupferammoniumsulfat unter Zugabe von Natriumhydroxid, Formaldehyd und Kaliumnatriumtartrat zur chemischen Kupferabscheidung eingesetzt wird.