



MD 2913 G21 2005.11.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat  
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **2913** <sup>(13)</sup> **G2**  
(51) Int. Cl.: **C25D 3/12** (2006.01)  
**C25D 3/60** (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE**

|                                                                                                                                                                                                 |                                                                                                     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>(21) Nr. depozit:</b> a 2004 0212<br><b>(22) Data depozit:</b> 2004.09.08                                                                                                                    | <b>(45) Data publicării hotărârii de<br/>acordare a brevetului:</b><br>2005.11.30, BOPI nr. 11/2005 |
| <b>(71) Solicitant:</b> UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD<br><b>(72) Inventatori:</b> COVALIOV Victor, MD; COVALIOVA Olga, MD<br><b>(73) Titular:</b> 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

5 dimetilaminoboran  
 $(\text{CH}_3)_2\text{NBH}_2$  1,5...2,5  
nitrat de talium  $\text{TlNO}_3$  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.

Revendicări: 1

15

MD 2913 G2 2005.11.30

**Descriere:**

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

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 sodiu și borohidrid de sodiu. În procesul de depunere electrochimică a nichelului are loc regenerarea chimică a borului și includerea lui în compoziția acoperirilor. Prelucrarea termică a acoperirilor obținute se efectuează la temperatura de 450°C timp de o oră, ceea ce mărește 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.

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 sodiu în calitate de formator de complecși, cu formarea aliajului electrochimic 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 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.

Esența invenției constă în aceea că procedeul include depunerea electrochimică a acoperirii din electrolit ce conține clorură de nichel, clorură de staniu, pirofosfat de sodiu și prelucrarea termică ulterioară, totodată electrolitul conține suplimentar tartrat de amoniu, dimetilaminoboran și nitrat de talu, 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 sodiu $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$                    | 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 $\text{TlNO}_3$                                          | 0,001...0,010, |

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/dm<sup>2</sup>, 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.

Sărurile de nichel și staniu aprovizionează electrolitul menționat cu ioni pentru regenerarea electrochimică corespunzătoare a acestor metale. Prezența pirofosfatului de sodiu și a tartratului de amoniu asigură formarea legăturilor complexe între ionii acestor metale. Formarea complexelor, 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 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.

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.

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 G2 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 talium $\text{TlNO}_3$                                        | 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 talium 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

15

| 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 talium                           |                 | 0,01             | 0,005 | 0,001 | -                         |
|     | densitatea catodică                        |                 | 0,5              | 1,5   | 2,0   | 2,0                       |
|     | a curentului, $\text{A}/\text{dm}^2$       |                 | 10,5             | 8,5   | 9,5   | 8,5                       |
|     | pH                                         |                 | 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, °C | 120              | 135   | 150   | -                         |
|     |                                            | Țimpul, ore     | 1,0              | 0,75  | 0,5   | -                         |
| 4.  | Coeficientul de curgere a aliajului, $K_p$ |                 | 2,4              | 2,5   | 2,75  | 0,6                       |

- 20 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 talium în electrolit valorile  $K_p$  cresc, însă majorarea concentrației dimetilaminoboranului mai mult de 2,5 g/l conduce la scăderea stabilității electrolitului, iar majorarea concentrației nitrului de talium mai mult de limită conduce la micșorarea cantității de bor în aliaj.

25

## MD 2913 G2 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 kalium și prelucrarea termică ulterioară **caracterizat prin aceea că** 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 $\text{TlNO}_3$                                        | 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) <sup>7</sup> : C 25 D 3/12, 3/60<br>Alți indici de clasificare:                                                                                                                           |                                                                                                    |                                                                                                                                                                                                                                                                                     |
| <b>Titlul</b> : 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<br>EA buletine oficial 1995-2004<br>SU colecția de certificate de autor 1970-1991<br>Int. Cl. <sup>7</sup> 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<br>Федотьев Н.П. и др. Электролитические сплавы, Машгиз, Москва, 1962, с. 183 | 1<br>1                                                                                                                                                                                                                                                                              |
| <input type="checkbox"/> Documentele următoare sunt indicate în continuare a rubricii II                                                                                                       |                                                                                                    | <input type="checkbox"/> Informația referitoare la brevete paralele se anexează                                                                                                                                                                                                     |
| <b>* categoriile speciale ale documentelor consultate:</b>                                                                                                                                     |                                                                                                    | <b>P</b> - document publicat înainte de data de depozit dar după data priorității invocate                                                                                                                                                                                          |
| <b>A</b> - document care definește stadiul anterior general                                                                                                                                    |                                                                                                    | <b>T</b> - 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                                                     |
| <b>E</b> - document anterior dar publicat la data de depozit național reglementar sau după aceasta data                                                                                        |                                                                                                    | <b>X</b> - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă                                                                                                                                                    |
| <b>L</b> - 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) |                                                                                                    | <b>Y</b> - 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 |
| <b>O</b> - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere sau orice altă                                                                                           |                                                                                                    | <b>&amp;</b> - document care face parte din aceeași familie de documente                                                                                                                                                                                                            |
| Data finalizării documentării                                                                                                                                                                  |                                                                                                    | 2005.09.09                                                                                                                                                                                                                                                                          |
| Examinatorul                                                                                                                                                                                   |                                                                                                    | EGOROVA Tamara                                                                                                                                                                                                                                                                      |