



MD 2912 F1 2005.11.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **2912** ⁽¹³⁾ **F1**
(51) Int. Cl.: *C23C 22/63* (2006.01)
C23C 22/66 (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 0213 (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: COVALIOVA Olga, MD; IVANOV Mihail, RU; COVALIOV Victor, MD (73) Titular: UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD	

(54) **Procedeu de aplicare a acoperirii ce conține bor**

(57) **Rezumat:**

1
Invenția se referă la procedeele de aplicare fără
curent a acoperirilor metalice funcționale și poate fi
utilizată în industria radiotehnică și electronică.

Procedeu de aplicare a acoperirii ce conține bor
include depunerea acoperirii la temperaturi ridicate
din soluție ce conține sulfat de nichel, dimetil-
aminoboran, pirofosfat de kalium și hidroxid de
amoniu și prelucrarea termică ulterioară, totodată
10 soluția conține suplimentar sulfat de cupru, acid
malonic și clorură de plumb în următorul raport al
componentelor, g/l:

sulfat de nichel 20,0...25,0
sulfat de cupru 5,0...10,0

2
pirofosfat de kalium 40,0...45,0
acid malonic 30,0...40,0
5 dimetilaminoboran 1,5...2,5
clorură de plumb 0,005...0,010
hidroxid de amoniu (25%) până la pH
10,3...10,5,
depunerea se efectuează la temperatura de
70...75°C, iar prelucrarea termică ulterioară la
10 180...250°C timp de 40...80 minute.
Rezultatul invenției constă în majorarea electro-
conductibilității și a capacității de lipire.
Revendicări: 1

15

MD 2912 F1 2005.11.30

MD 2912 F1 2005.11.30

3

Descriere:

Invenția se referă la procedeele de aplicare fără curent a acoperirilor metalice funcționale și poate fi utilizată în industria radiotehnică și electronică.

5 Este cunoscut un procedeu chimic de depunere a straturilor metalice ce conțin bor realizat din soluție de sare de nichel cu utilizarea dimetilaminoboranului (DMAB) în calitate de regenerat [1]. În calitate de substanțe tampon se utilizează o soluție tampon acetat, în calitate de ligand – acid lactic și citrat de sodiu; procesul de depunere are loc la pH=5...7 și temperatura de 30...70°C. Însă acest procedeu se caracterizează prin viteză joasă de depunere a acoperirilor, iar acoperirile nu posedă proprietăți de lipire specifice pentru a fi folosite în radioelectronică.

10 În calitate de cea mai apropiată soluție servește procedeu chimic de depunere a straturilor metalice ce conțin bor dintr-o soluție ce conține sulfat de nichel, dimetilaminoboran, pirofosfat de kalium și hidroxid de amoniu [2]. Însă acoperirile obținute posedă electroconductibilitate slabă, proprietăți de lipire și rezistență de contact joase și insuficiente pentru a înlocui aurul și alte metale prețioase în radioelectronică.

15 Problema pe care o soluționează prezenta invenție constă în obținerea unor acoperiri cu proprietăți de lipire și electroconductibilitate înaltă, comparabile cu acoperirile galvanice din aur în scopul înlocuirii lor.

20 Esența invenției constă în aceea că procedeul de aplicare a acoperirii ce conține bor include depunerea acoperirii la temperaturi ridicate dintr-o soluție ce conține sulfat de nichel, dimetilaminoboran, pirofosfat de kalium și hidroxid de amoniu și prelucrarea termică ulterioară, totodată soluția conține suplimentar sulfat de cupru, acid malonic și clorură de plumb în următorul raport al componentelor, g/l:

sulfat de nichel	20,0...25,0
sulfat de cupru	5,0...10,0
pirofosfat de kalium	40,0...45,0
acid malonic	30,0...40,0
dimetilaminoboran	1,5...2,5
clorură de plumb	0,005...0,100,
hidroxid de amoniu (25%)	până la pH 10,3...10,5,

25 depunerea se efectuează la temperatura de 70...75°C, iar prelucrarea termică ulterioară la 180...250°C timp de 40...80 minute.

Rezultatul invenției constă în majorarea electroconductibilității și a capacității de lipire.

30 Dimetilaminoboranul ($(CH_3)_2NBH_2$) se dizolvă ușor la adăugarea în apă a alcoolului metilic sau etilic, posedă proprietăți înalte de regenerare și permite de a realiza depunerea chimică a acoperirilor metalice în condiții stabile. Procesul de restabilire a metalelor în prezența dimetilaminoboranului poartă un caracter autocatalitic și, în același timp, regenerat, care include borul amorf în astfel de acoperiri. De rând cu nichelul și borul se depune și cuprul, formând un aliaj chimic depus nichel-cupru-bor. Acoperirile sunt de culoare roz pal și semimate.

35 Pirofosfatul de kalium și acidul malonic au rolul de liganzi, formând complexe de nichel și cupru, care, pe de o parte, previn căderea în mediu alcalin a hidroxizilor acestor metale, iar pe de altă parte previn reacția de regenerare în volum a acestor metale în formă dispersă și autodistrugerea soluției cu căderea precipitatului. Conținutul cuprului în acoperiri este de 5...7% de masă. Prezența acidului malonic asigură majorarea conținutului de bor în acoperiri, cantitatea căruia atinge 12...14%. Introducerea microcantității de clorură de plumb stabilizează condițiile de depunere a acoperirilor, prevenind astfel autodistrugerea soluției.

40 Aceste acoperiri reprezintă o soluție solidă suprasaturată a borului în nichel și cupru. La prelucrarea termică la temperatura de 310...320°C se formează Ni_2CuB , $NiCuB$, care majorează duritatea acoperirilor, însă înrăutățesc proprietățile de lipire. Din această cauză este necesară prelucrarea termică până la transformările fazice. Rezistența electrică specifică a acoperirilor, supuse prelucrării termice la temperatura de 180...230°C se află în limitele $(0,8...1,2) \cdot 10^{-4}$ Ohm-cm, mărimea rezistenței de contact este de 4,8...5,0 mOhm. Prioritățile menționate precum și unghiul marginal al umectării la utilizarea aliajului din staniu și plumb de tipul ПОС-61 și a decapantului neactiv, fiind de 25...32°, fac acest material utilizabil în electronică.

45 Depunerea acoperirilor compacte se caracterizează prin omogenitate înaltă pe grosime, indiferent de configurația detaliilor. Ea poate fi aplicată pentru acoperirea materialelor metalice cât și nemetalice.

50

MD 2912 F1 2005.11.30

4

Exemplu de realizare a invenției

Se pregătește soluția pentru depunerea acoperirilor din nichel-cupru-bor cu următoarea compoziție, g/l:

sulfat de nichel	20,0...25,0
sulfat de cupru	5,0...10,0
pirofosfat de kalium	40,0...45,0
acid malonic	30,0...40,0
dimetilaminoboran	1,5...2,5
hidroxid de amoniu (25%)	până la pH 10,3...10,5
clorură de plumb	0,005...0,010,

- 5 apoi la temperatura de 70...75°C se depune pe probele din cupru și inox cu dimensiunile 25x25x5 mm, cu prelucrarea termică ulterioară a acestora în mediu aerob la temperatura de 200°C timp de 60 min.

- Viteza de depunere a fost aplicată în dependență de masa probei. Adeziunea acoperirilor s-a determinat conform unghiului marginal de umectare a picăturii de aliaj de tipul ИОС-61 cu temperatura de topire de 183°C și a decapantului neactiv de tipul ФКЭП. Valoarea unghiului marginal al umectării a fost determinată la microscopul БМН-11.

- 10 Rezistența electrică specifică a fost determinată după metoda podului dublu pe suprafața acoperirilor, cu grosimea de 5μm, separat de baza din inox, utilizând miliohmetrul cu schemă cu patru contacte pentru a înlătura influența rezistenței contactelor. Măsurarea rezistenței de trecere s-a efectuat cu o schemă cu patru poli: printr-o pereche de contacte trece curentul, prin altă pereche trece căderea de tensiune.

15 Concomitent s-au efectuat măsurători cu probele obținute conform celei mai apropiate soluții, precum și cu acoperirile de aur, obținute prin metoda galvanică.

Rezultatele măsurătorilor sunt prezentate în tabel.

20

Tabel

Nr.	Parametrii	Rezultatele experimentelor		
		Acoperirile cu Ni-Cu-B (conform invenției)	Acoperirile cu Ni-B (conform celei mai apr. sol.)	Aurire galvanică (Au)
1	Viteza depunerii, μm/h	10	6	-
2	Unghiul marginal al umectării, θ°	32	65	30
3	Rezistența electrică specifică, Ohm-cm	0,8...1,2	1,6...1,7	0,7
4	Rezistența de contact, mOhm	4,9	7,6	4,5

- 25 Cum urmează din datele obținute, viteza de depunere în comparație cu soluțiile cunoscute a crescut de circa 1,7...1,8 ori, adeziunea acoperirilor, determinată conform unghiului marginal al umectării, s-a majorat de 2 ori, rezistența electrică specifică s-a micșorat de 1,5...2 ori, iar rezistența de contact s-a micșorat de 1,5 ori. Rezultatele obținute sunt similare cu cele ale acoperirilor de aur, ceea ce permite înlocuirea ultimelor în microelectronică.

30

MD 2912 F1 2005.11.30

5

(57) Revendicare:

- 5 1. Procedeu de aplicare a acoperirii ce conține bor, care include depunerea acoperirii la temperaturi ridicate din soluție ce conține sulfat de nichel, dimetilaminoboran, pirofosfat de kalium și hidroxid de amoniu și prelucrarea termică ulterioară, **caracterizat prin aceea că** soluția conține suplimentar sulfat de cupru, acid malonic și clorură de plumb în următorul raport al componentelor, g/l:
- | | |
|--------------------------|-------------------------|
| sulfat de nichel | 20,0...25,0 |
| sulfat de cupru | 5,0...10,0 |
| pirofosfat de kalium | 40,0...45,0 |
| acid malonic | 30,0...40,0 |
| dimetilaminoboran | 1,5...2,5 |
| clorură de plumb | 0,005...0,010 |
| hidroxid de amoniu (25%) | până la pH 10,3...10,5, |
- 10 depunerea se efectuează la temperatura de 70...75°C, iar prelucrarea termică ulterioară la 180...250°C timp de 40...80 minute.

(56) Referințe bibliografice:

1. Шалкаус М., Вапкялис А. Химическая металлизация пластмасс. Ленинград, Химия, 1972, с. 119-123
2. Справочник Гальванотехника. Москва, Металлургия, 1987, с. 382-394

Şef Secție:

GUŞAN Ala

Examinator:

EGOROVA Tamara

Redactor:

LOZOVANU Maria

RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: a 2004 0213		
(22) Data depozit: 2004.09.08		
(51) ⁷ : C 23 C 22/63, 22/66 Alți indici de clasificare:		
Titlul : Procedeu de aplicare a acoperirii ce conține bor		
(71) Solicitantul : UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD		
Termeni caracteristici : Procedeu de aplicare a acoperirii ce conține bor		
Способ нанесения борсодержащего 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 23 C 22/63, 22/66		
II. Documente considerate ca relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A	1. Шалкаус М., Вашкялис А. Химическая металлизация пластмасс. Ленинград, Химия, 1972, с. 119-123 2. Справочник Гальванотехника, Москва, Металлургия, 1987, с. 382-394	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