



Patent dodatkowy
do patentu nr 85 154

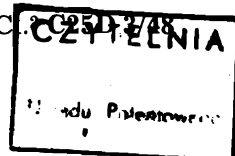
Zgłoszono: 23. 08. 77 (P. 200 420)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 12. 03. 79

Opis patentowy opublikowano: 31. 07. 1981

Int. Cl. C 25 D 3/48



Twórcy wynalazku: Lech Dziulka, Urszula Wnuk, Zdzisław Albinowski

Uprawniony z patentu: Naukowo-Produkcyjne Centrum Półprzewodników w Warszawie; Zakłady Przemysłu Elektronicznego „Kazel”, Koszalin (Polska)

Sposób wytwarzania powłok złotych metodą galwaniczną

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania powłok złotych metodą elektrochemiczną, zwłaszcza na elementach dla przemysłu elektronicznego.

W procesie technologicznym dotyczącym wytwarzania powłok złotych metodą elektrochemiczną według patentu nr 85 154 wykorzystuje się kąpiel składającą się z wodnego roztworu cyjanozłocinu metalu alkalicznego lub amonu, cytrynianu metalu alkalicznego lub amonu, ortofosforanu metalu alkalicznego lub amonu i wodorotlenku potasowego lub kwasu ortofosforowego. Do kąpeli tej wprowadzono pirofosforan jednego lub kilku metali alkalicznych lub amonu.

Kąpiel według wynalazku nr 85 154 zawiera cyjanozłocin potasowy w ilości 3,5—27 g/l, cytrynian trójpotasowy w ilości 4—250 g/l, ortofosforan potasowy dwuzasadowy w ilości 1—200 g/l, wodorotlenek potasowy lub kwas ortofosforowy w ilości zapewniającej utrzymanie pH w granicach 4,5—9 oraz pirofosforan czteropotasowy w ilości 1—200 g/l. Wytwarzanie powłok złotych w tej kąpeli prowadzi się przy temperaturze kąpeli 30—80°C, korzystnie przy temperaturze 45—75°C i gęstości prądu katodowego 0,05—2 A/dm², korzystnie 0,05—1 A/dm². W miarę wyczerpywania się składników kąpeli uzupełnia się ją wodnym roztworem cyjanozłocinu metalu alkalicznego lub amonu, przy czym korzystnie jest, jeśli wodny roztwór składa się z cyjanozłocinu potasowego i dwuzasadowego,

2

fosforanu potasowego o stężeniu 80—300 g/l, w ilości 1 ml na 0,4—4 g cyjanozłocinu.

Niedogodnością wytwarzania powłok złotych według opisu patentowego nr 85 154 jest brak możliwości otrzymywania powłok o jednakowej grubości i jednakowej strukturze, korzystnej do prowadzenia termokompresji i lutowania.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie tych niedogodności przez podwyższenie stabilności pracy kąpeli co pozwoli uzyskać powłoki o jednakowej grubości i strukturze.

Sposób według wynalazku polega na wykorzystaniu do wytwarzania powłok złotych kąpeli o składzie podanym w opisie nr 85 154, do której wprowadzono sól indową, korzystnie siarczan indowy. Ponadto do kąpeli wprowadza się dodatkowo siarczyn lub pirosiarczyn albo kwaśny siarczyn metalu alkalicznego lub amonu, korzystnie pirosiarczyn potasowy. W miarę wyczerpywania się składników, kąpiel uzupełnia się mieszaniną wodnego roztworu cyjanozłocinu metalu alkalicznego lub amonu, korzystnie cyjanozłocinu potasowego, dwuzasadowego fosforanu metalu alkalicznego lub amonu, korzystnie dwuzasadowego fosforanu potasowego i soli indowej, korzystnie siarczanu indowego. Mieszaninę tę uzupełnia się dodatkowo siarczynem lub pirosiarczynem albo kwaśnym siarczynem metalu alkalicznego lub amonu, korzystnie pirosiarczynem potasowym.

Sposób według wynalazku pozwala wyeliminować występujące niedogodności rozwiązania omówionego w opisie patentowym nr 85 154. Znajdująca się w kąpeli sól indowa poprawia jednorodność, wygląd i strukturę wykonywanych powłok, co ułatwiło prowadzenie termokompresji i lutowania. Dzięki natomiast siarczynom działającym jako czynniki redukujące, wiążące podczas elektrolizy tlen wydzielający się na anodzie, uzyskuje się bardzo wysoką wydajność wytwarzania powłok złotych. **Proces ten można prowadzić przez długi okres czasu i uzyskiwać przy tych samych parametrach jednakową grubość powłok.** Ponadto wiązanie tlenu przez siarczyny w kąpeli powoduje wzrost stężenia jonów siarczanowych, a to korzystnie wpływa na przewodność elektrolitu, polepszenie rozkładu gęstości prądowej oraz wgłębność powłok.

Poniższe przykłady dokładniej obrazują sposób wytwarzania powłok złotych metodą według wynalazku.

Przykład I. Sporządzono kąpiel o następującym składzie: cyjanozłocin potasowy — 15 g/l, cytrynian potasowy — 150 g/l, dwuzasadowy ortofosforan potasowy — 35 g/l, pirofosforan potasowy — 8 g/l, siarczan indowy — 7 mg/l i kwas ortofosforowy do pH = 7.

Proces wytwarzania powłok złotych prowadzono w bębnie, stosując gęstość prądu 0,15 A/dm² i temperaturę kąpeli 55°C. Podczas prowadzenia tego procesu skład kąpeli uzupełniono wodnym roztworem dwuzasadowego fosforanu potasowego o stężeniu 170 g/l i siarczaniu indowego o stężeniu 0,7 g/l w ilości 1 ml na 1,5 g cyjanozłocinu potasowego wprowadzonego do kąpeli.

Przykład II. Sporządzono kąpiel o następującym składzie: cyjanozłocin potasowy — 13 g/l, cytrynian potasowy — 160 g/l, dwuzasadowy ortofosforan potasowy — 30 g/l, pirofosforan potasowy — 10 g/l, siarczan indowy — 8 mg/l, pirosiarczyn potasowy — 0,5 g/l i kwas ortofosforowy do pH = 8.

Proces wytwarzania powłok złotych prowadzono w kąpeli o temperaturze 60°C i gęstości prądu

0,4 A/dm². Podczas prowadzenia tego procesu skład kąpeli uzupełniono wodnym roztworem dwuzasadowego fosforanu potasowego o stężeniu 160 g/l, siarczaniu indowego o stężeniu 0,7 g/l i pirosiarczyny potasowego o stężeniu 35 g/l w ilości 1 ml na 1,5 g cyjanozłocinu potasowego wprowadzonego do kąpeli.

Przykład III. Sporządzono kąpiel o następującym składzie: cyjanozłocin potasowy — 18 g/l, cytrynian potasowy 150 g/l, dwuzasadowy ortofosforan potasowy — 35 g/l, pirofosforan potasowy — 8 g/l, azotan indowy — 15 mg/l oraz kwas ortofosforowy do pH = 7,2.

Proces nakładania powłoki złotej prowadzono w bębnie przy gęstości katodowej prądu 0,2 A/dm² i temperaturze kąpeli 60°C. Podczas prowadzenia tego procesu skład kąpeli uzupełniono wodnym roztworem dwuzasadowego fosforanu potasowego o stężeniu 170 g/l i azotanu indowego — 1,5 g/l w ilości 1 ml na 1,5 g cyjanozłocinu potasowego wprowadzonego do kąpeli.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania powłok złotych metodą elektrochemiczną w kąpeli stanowiącej wodny roztwór cyjanozłocinu metalu alkalicznego lub amonu, cytrynianu metalu alkalicznego lub amonu, ortofosforanu metalu alkalicznego lub amonu, wodorotlenku potasowego lub kwasu ortofosforowego i pirofosforanu jednego lub kilku metali alkalicznych lub amonu według patentu nr 85 154, **znamienny tym**, że do kąpeli dodaje się sól indową oraz dodatkowo siarczyn lub pirosiarczyn albo kwaśny siarczyn metalu alkalicznego lub amonu.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że kąpiel uzupełnia się znaną mieszaniną wodnego roztworu cyjanozłocinu metalu alkalicznego lub amonu i dwuzasadowego fosforanu metalu alkalicznego lub amonu z dodatkiem soli indowej.

3. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że kąpiel uzupełnia się dodatkowo siarczynem lub pirosiarczynem albo kwaśnym siarczynem metalu alkalicznego lub amonu.