

(19)



(10) **LT 2000 074 A**

(12) **PARAIŠKOS APRAŠYMAS**

(21) Paraiškos numeris: **2000 074**

(51) Int. Cl. (2006): **C25D 5/54**

(22) Paraiškos padavimo data: **2000 07 20**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **2002 01 25**

(62) Paraiškos, iš kurios dokumentas išskirtas, numeris: —

(86) Tarptautinės paraiškos numeris: —

(86) Tarptautinės paraiškos padavimo data: —

(85) Nacionalinio PCT lygio procedūros pradžios data: —

(30) Prioritetas: —

(71) Pareiškėjas:

Mykolas BARANAUSKAS, Medeinos g. 33-24, 2022 Vilnius, LT

(72) Išradėjas:

Mykolas BARANAUSKAS, LT

(74) Patentinis patikėtinis/atstovas:

—

(54) Pavadinimas:

Elektrai laidžių dangų ant dielektriko paviršiaus gavimo būdas

(57) Referatas:

Elektrai laidžių dangų ant dielektriko paviršiaus gavimo būdas gali būti panaudotas įvairiose pramonės šakose dielektrikų paviršiaus paruošimui selektyviai elektrocheminei metalizacijai, ypač nikeliavimui. Šiuo būdu elektrai laidžios dangos gaunamos, kai gaminius iš dielektriko esdina oksidatorių turinčiuose rūgščiuose tirpaluose, po to apdoroja trivalenčio bismuto junginio tirpale, nuplauna vandeniu ir dar apdoroja sulfidavimo tirpale.

ELEKTRAI LAIDŽIŲ DANGŲ ANT DIELEKTRIKO PAVIRŠIAUS GAVIMO BŪDAS

Technikos sritis

Išradimo objektas yra skirtas dielektrikų paviršių savybėms modifikuoti, t.y. šio išradimo dėka dielektrikų paviršius tampa laidus elektros srovei.

Išradimas gali būti panaudotas įvairiose pramonės srityse paruošti dielektrikų paviršių galvaninei metalizacijai, ypač nikeliavimui. Šiuo būdu metalizuoti dielektrikai gali būti panaudoti ten, kur reikalingos dekoratyvinės arba apsauginės funkcijos, arba gaminant presformas galvanoplastiniu būdu, o taip pat elektromagnetines bangas ekranuojančiose konstrukcijose.

Technikos lygis

Yra žinomas elektrai laidžių dangų gavimo būdas (TSRS autorystės liudijimas Nr. 980858, B 05 D 5/12, 1982), pagal kurį dielektriką apdoroja vario amoniakatiname arba aminatiniame tirpale, merkia į vandenį, po to į sulfidinimo tirpalą ir nuplauna vandeniu.

Šiuo metodu kokybiškas elektrai laidžias dangas galima gauti kartojant TSRS autorystės liudijime aprašytą minėtų operacijų seką ne mažiau kaip tris kartus. Tai ilgina visą proceso trukmę, didina vandens ir cheminių medžiagų išekvojimą ir apsunkina automatinio režimo linijų panaudojimą procesui.

Dar yra žinomas elektrai laidžių vario sulfido dangų gavimo būdas (TSRS autorystės liudijimas Nr. 1762425, H 05 K 3/42, 3/18, 1991), pagal kurį gaminius iš dielektriko merkia į vienvalečio vario druskos tirpalą, po to – į $0,0025 \div 0,025$ M kalio persulfato arba jodo, arba kalio nitrato tirpalą, nuplauna vandeniu, po to merkia į šarminio metalo polisulfidų tirpalą. Šį procesą atlieka kambario temperatūroje ir visas operacijas kartuoja du kartus.

Pastarajame TSRS autorystės liudijime Nr. 1762425 aprašytojo būdo trūkumai, nors ir mažesniu mastu, tačiau išlieka tie patys, kaip ir pirmuoju atveju aprašytame procese. Be to,

naudojant abu minėtus žinomus būdus, neįmanoma pasiekti, kad izoliuota pakabos dalis proceso metu išliktų nepasidengusi, t.y. negalima gauti elektrai laidžių dangų selektyviai.

Artimiausias techninis sprendimas pagal esmę, neturintis aukščiau nurodytų trūkumų, yra elektrai laidžių dangų gavimo būdas, aprašytas Lietuvos Respublikos patentinėje paraiškoje Nr. 98-161, pagal kurią dielektriką po ėsdinimo apdoroja tirpale, turinčiame kobalto jonų ir amonio hidroksido arba aminių iki tirpalo pH $9 \div 12$, nuplauna parūgštintame arba pašarmintame vandenyje ir dar apdoroja sulfidinimo tirpale.

Tačiau ir šis techninis sprendimas neišvengia trūkumų. Dielektriko apdorojimui naudojamas kobalto tirpalas būtinai turi amonio hidroksido arba aminių, o pastarieji, patekę į nukenksminamuosius vandenį, sudaro su dauguma sunkiųjų metalų stiprius kompleksinius junginius ir tuo labai apsunkina vandens nukenksminimą. Be to, kobalto amoniakatinis arba aminatinis tirpalai nėra visiškai stabilūs, nes kobalto jonai, laikui bėgant, palaipsniui pereina iš tirpalo į nuosėdas. Dėl šio reiškinio kobalto tirpalą po kelių savaičių reikia atnaujinti netgi tuo atveju, jei jis visiškai nebuvo naudojamas.

Išradimo esmė

Šiuo išradimu keliamas uždavinys selektyviai gauti kokybiškas elektrai laidžias metalo sulfido dangas ant dielektriko paviršiaus nenaudojant amonio hidroksido arba aminių ir sutrumpinant procesą.

Dar vienas šio išradimo uždavinys - elektrai laidžių dangų formavimas naudojant visiškai stabilų metalo jonų tirpalą.

Pareiškiamas išradimu naujas elektrai laidžių dangų ant dielektriko paviršiaus gavimo būdas nuo minėtų technikos lygiu žinomų būdų skiriasi tuo, kad gaminius iš dielektriko ėsdina, po to apdoroja metalo jonų tirpale, turinčiame trivalenčio bismuto jonų, nuplauna vandenyje ir dar apdoroja sulfidinimo tirpale.

Gaminį iš dielektriko ėsdina rūgščiame tirpale, turinčiame KJO_4 , arba $K_2S_2O_8$ arba CrO_3 . Sulfidinimo tirpalas yra natrio arba kalio sulfido vandeninis tirpalas.

Siūlomas būdas leidžia selektyviai gauti kokybiškas elektrai laidžias metalo sulfido dangas ant dielektriko paviršiaus nenaudojant amonio hidroksido, aminių arba kitų junginių, sudarančių su sunkiaisiais metalais stripius kompleksus. Be to, šiame išradimu pareiškiamame elektrai laidžių dangų gavimo būde naudojamas metalo jonų tirpalas yra visiškai stabilus.

Gaminius iš dielektriko – plokštes iš ABS (akrilonitrilo, butadieno ir stireno kopolimeras) plastmasės – ėsdina 5 min kambario temperatūros tirpale, kuriame yra 13M H_3PO_4 ir 0,5M $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, arba ėsdina 5 min 60°C temperatūros tirpale, kuriame yra 3,8M H_2SO_4 ir 3,8M CrO_3 ir nuplauna vandeniu.

Gaminius iš dielektriko – smūgiams atsparaus polistireno (SAPS) – ėsdina 5 min tirpale, kuriame yra 17M H_2SO_4 ir 0,5M KJO_4 , esant kambario temperatūrai ir nuplauna vandeniu.

Po ėsdinimo gaminius 2 min apdoroja tirpale, turinčiame 0,005 ÷ 0,300 M $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ arba BiCl_3 arba $\text{Bi}(\text{CH}_3\text{COO})_3$ ir 0,01 ÷ 0,35 M HNO_3 arba HCl arba CH_3COOH , esant kambario temperatūrai. Po to gaminius nuplauna vandeniu ir dar 30s apdoroja tirpale, kuriame yra 0,01 ÷ 0,25 M Na_2S arba K_2S esant kambario temperatūrai.

Procesui pasibaigus gaminius nuplauna distiliuotu vandeniu, išdžiovina ir 15 min elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kuriame yra 1 ÷ 1,2 M NiSO_4 ; 0,15 ÷ 0,2 M NiCl_2 ir 0,4 ÷ 0,5 M H_3BO_3 , pradinis srovės tankis 0,3 A/dm², kuris, sklindant nikelio dangai nuo kontakto vietos, didėja iki 3 A/dm², esant 40°C elektrolito temperatūrai.

Metalo jonų tirpalo stabilumą vertina pagal tai, ar dviejų parų bėgyje tirpale atsirado nuosėdų (tirpalas nestabilus) ar neatsirado (tirpalas stabilus).

Elektrai laidžios sulfidinės dangos lygumą vertina iš karto po dangos nusodinimo vizualiai plika akimi dienos šviesoje dviem parametrais: lygi, nelygi.

Dangos laidumą elektrai vertina pagal elektrochemiškai nusodinamos nikelio dangos sklidimo greitį nuo kontakto vietos, cm/min.

Galimybė dielektriką padengti elektrai laidžia danga selektyviai nustatoma pagal tai, ar dielektriką elektrochemiškai nikeliuojant izoliuota pakabos dalis nikeliu pasidengė, ar ne.

Siūlomo būdo efektyvumui įvertinti buvo paruošti septyni pavyzdžiai, iš kurių 1, 3 ir 6 pavyzdžiai yra kontroliniai, o 2, 4, 5 ir 7 pavyzdžiai yra paruošti pagal siūlomą būdą su skirtinga bismuto jonų tirpalo komponentų koncentracija ir skirtingais technologiniais režimais

3, 4, 5, 6 ir 7 pavyzdžiuose apdorojimui naudojamos plokštelės iš ABS plastmasės, kurių paviršiaus plotas – 50 cm^2 , o 1 ir 2 pavyzdžiuose – profiliuoti gaminiai iš smūgiams atsparaus polistireno (SAPS), kurių paviršiaus plotas – 70 cm^2 .

1 pavyzdys

Profiliuotus gaminius iš smūgiams atsparaus polistireno (SAPS), kurių paviršiaus plotas 70 cm^2 , 5 min ėsdina kambario temperatūros tirpale, turinčiame $17\text{M H}_2\text{SO}_4$ ir $0,5\text{M KJO}_4$.

Po ėsdinimo gaminius nuplauna vandeniu ir 10 min apdoroja tirpale, kuriame yra $0,01\text{M CoF}_3$ ir $0,35\text{M NH}_4\text{OH}$, esant kambario temperatūrai. Po to gaminius nuplauna acto rūgštimi iki pH 5 parūgštintame vandenyje ir 30s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra $0,1\text{M Na}_2\text{S}$.

Po apdorojimo gaminius nuplauna distiliuotu vandeniu, išdžiovina ir po to 15 min elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kuriame yra (M): NiSO_4 – 1,2 ; NiCl_2 – 0,2 ir H_3BO_3 – 0,5; pradinis srovės tankis $0,3 \text{ A/dm}^2$, temperatūra 40°C .

2 pavyzdys

Profiliuotus gaminius iš smūgiams atsparaus polistireno (SAPS) ėsdina būdu, aprašytu 1 pavyzdyje.

Po ėsdinimo gaminius nuplauna vandeniu ir 2 min apdoroja tirpale, turinčiame $0,01\text{M Bi(NO}_3)_3$ ir $0,03\text{M HNO}_3$, esant kambario temperatūrai. Po to gaminius nuplauna vandeniu ir 30s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra $0,1\text{M Na}_2\text{S}$.

Po apdorojimo gaminius nuplauna distiliuotu vandeniu, išdžiovina ir po to 15 min elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

3 pavyzdys

Plokštes iš ABS plastmasės, kurių paviršiaus plotas 50 cm^2 , 5 min ęsdina kambario temperatūros tirpale, turinčiame $13\text{M H}_3\text{PO}_4$ ir $0,5\text{M K}_2\text{S}_2\text{O}_8$.

Po ęsinimo plokštes nuplauna vandeniu ir 10 min apdoroja tirpale, kuriame yra $0,25\text{M CoCl}_2$ ir $0,7\text{M}$ trietanolamino, esant kambario temperatūrai. Po to plokštes nuplauna Na_2CO_3 pašarminame iki pH 9,0 vandenyje ir 30s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra $0,01\text{M}$ natrio sulfido esant kambario temperatūrai.

Po apdorojimo plokštes nuplauna distiliuotu vandeniu, išdžiovina ir po to 15 min elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

4 pavyzdys

Plokštes iš ABS plastmasės 5 min ęsdina kambario temperatūros tirpale, turinčiame $13\text{M H}_3\text{PO}_4$ ir $0,5\text{M K}_2\text{S}_2\text{O}_8$.

Po ęsinimo plokštes nuplauna vandeniu ir 2 min apdoroja tirpale, turinčiame $0,3\text{M}$ bismuto acetato ir $0,35\text{M}$ acto rūgšties, esant kambario temperatūrai. Po to plokštes nuplauna vandeniu ir 30s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra $0,01\text{M Na}_2\text{S}$, esant kambario temperatūrai.

Po apdorojimo plokštes nuplauna distiliuotu vandeniu, išdžiovina ir po to 15 min elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

5 pavyzdys

Plokštes iš ABS plastmasės 5 min ęsdina kambario temperatūros tirpale, turinčiame $13\text{M H}_3\text{PO}_4$ ir $0,5\text{M K}_2\text{S}_2\text{O}_8$.

Po ėsdinimo plokštes nuplauna vandeniu ir 2 min apdoroja tirpale, turinčiame 0,005M $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ ir 0,01M HNO_3 , esant kambario temperatūrai. Po to plokštes nuplauna vandeniu ir 30s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,1M Na_2S , esant kambario temperatūrai.

Po apdorojimo plokštes nuplauna distiliuotu vandeniu, išdžiovina ir po to 15 min elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

6 pavyzdys

Plokštes iš ABS plastmasės 5 min ėsdina 60°C temperatūros tirpale, turinčiame 3,8M H_2SO_4 ir 3,8M CrO_3 .

Po ėsdinimo plokštes nuplauna vandeniu ir 10 min apdoroja tirpale, kuriame yra 0,01M CoF_3 ir 0,04M monoetanolamino, esant kambario temperatūrai. Po to plokštes nuplauna NaOH pašarmintame iki pH 14 vandenyje ir dar 30s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,25M K_2S , esant kambario temperatūrai.

Po apdorojimo plokštes nuplauna distiliuotu vandeniu, išdžiovina ir po to 15 min elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

7 pavyzdys

Plokštelių iš ABS plastmasės paviršių 5 min ėsdina 60°C temperatūros tirpale, turinčiame 3,8M H_2SO_4 ir 3,8M CrO_3 .

Po ėsdinimo plokštes nuplauna vandeniu ir 2 min apdoroja tirpale, turinčiame 0,01M BiCl_3 ir 0,03M HCl , esant kambario temperatūrai. Po to plokštes nuplauna vandeniu ir 30s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,25M K_2S , esant kambario temperatūrai.

Po apdorojimo plokštes nuplauna distiliuotu vandeniu, išdžiovina ir po to 15 min elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

Duomenys apie gautų dangų savybes pateikti 1 lentelėje.

Lentelės duomenys rodo, kad, esant skirtingiems dielektrikams arba skirtingiems jų įsodinimo režimams, naujuoju būdu dangų gavimo procesas nėra ilgesnis ir dangų savybės nenusileidžia savybėms dangų, gaunamų techniniu lygiu žinomais būdais, o atskirais atvejais netgi yra geresnės.

1 lentelė

Tirpalų sudėtis, technologiniai ir dangų kokybės rodikliai	P a v y z d ž i a i						
	1 (kontrolinis)	2	3 (kontrolinis)	4	5	6 (kontrolinis)	7
Dielektrikas	SAPS	SAPS	ABS	ABS	ABS	ABS	ABS
Ėsdinimo tirpalas	H ₂ SO ₄ + H ₂ O + KJO ₄	H ₂ SO ₄ + H ₂ O + KJO ₄	H ₃ PO ₄ + H ₂ O + K ₂ S ₂ O ₈	H ₃ PO ₄ + H ₂ O + K ₂ S ₂ O ₈	H ₃ PO ₄ + H ₂ O + K ₂ S ₂ O ₈	H ₂ SO ₄ + H ₂ O + CrO ₃	H ₂ SO ₄ + H ₂ O + CrO ₃
Metalo jonų tirpalo sudėtis (M) ir stabilumas: stabilus (+) nestabilus(-)	CoF ₃ – 0,01 NH ₄ OH – 0,12 –	Bi(NO ₃) ₃ – 0,01 HNO ₃ – 0,03 +	CoCl ₂ – 0,3 trietanolaminas – 0,7 –	Bi((CH ₃ COO) ₃ – 0,3 CH ₃ COOH – 0,35 +	Bi(NO ₃) ₃ – 0,005 HNO ₃ –0,01 +	CoF ₃ – 0,01 monoetanolaminas – 0,04 –	BiCl ₃ – 0,01 HCl – 0,03 +
Nuoseklių apdorojimų tirpaluose skaičius	1	1	1	1	1	1	1
Plastmasės paviršius elektrochemiškai nusinikeliavo pilnai (+) arba nepilnai (–)	+	+	+	+	+	+	+
Galvaninės nikelio dangos sklidimo greitis nuo kontakto, cm/min	3÷4	5÷7	2÷3	6÷8	3÷4	3÷4	6÷8
Dangos lygumas	lygi	lygi	lygi	lygi	lygi	lygi	lygi
Dielektrikas metalizuojasi selektyviai (+) arba neselektyviai (–)	+	+	+	+	+	+	+

IŠRADIMO APIBRĒŽTIS

Elektrai laidžiu dangu ant dielektriko paviršiaus gavimo būdas, pagal kurį gaminius iš dielektriko ēsdina, po to apdoroja metalo jonų tirpale, nuplauna vandenyje ir dar apdoroja sulfidinimo tirpale, *b e s i s k i r i a n t i s t u o*, kad po ēsdinimo gaminius iš dielektriko apdoroja metalo jonų tirpale, turinčiame trivalenčio bismuto jonų, o po apdorojimo praplauna vandenyje.