

(19)



(10)

LT 4713 B

(12)

PATENTO APRAŠYMAS

(11) Patento numeris: **4713**

(51) Int. Cl.⁷: **B05D 5/12**

(21) Paraiškos numeris: **98-161**

(22) Paraiškos padavimo data: **1998 11 13**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **2000 05 25**

(45) Patento paskelbimo data: **2000 10 25**

(72) Išradėjas:

**Leonas Naruškevičius, LT
Grigorijus Rozovskis, LT
Jonas Vinkevičius, LT
Mykolas Baranauskas, LT**

(73) Patento savininkas:

**ENTHONE-OMI INC.,
350 Frontage Road, West Haven, Connecticut 06516, US**

(74) Patentinis patikėtinis:

Telesforas Urbaitis, 46, Ševčenkos g. 16B, 2009 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Elektrai laidžių dangų ant dielektriko paviršiaus gavimo būdas

(57) Referatas:

Šiame išradime pateikiamas elektrai laidžių dangų ant dielektriko paviršiaus gavimo būdas, kuris gali būti panaudotas įvairiose pramonės srityse paruošti dielektrikų paviršius elektrocheminei metalizacijai, ypač nikeliavimui. Šiuo būdu elektrai laidžios dangos gaunamos, kai gaminius iš dielektriko po ėsdinimo nuosekliai apdoroja metalo amoniakatiname tirpale, vandenyje ir sulfidinimo tirpale, kai pagal išradimą dielektriko paviršių apdoroja metalo amoniakatiname tirpale, kuriame yra 0,1-1,0 M kobalto sulfato ir amonio hidroksido iki pH 9-12.

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 paviršius galvaninei metalizacijai, ypač nikeliavimui.

Yra žinomas elektrai laidžių dangų ant dielektrikų – plastmasių gavimo būdas (I. Stavnicer ir kt. Kaprono gaminių galvaninė metalizacija – “Gamybos technologija ir organizacija”, Kijevas, 1978, Nr. 1, 56-57 psl.), kai dielektriko paviršių apdoroja vario druskos tirpalu, plauna karštu vandeniu, po to apdoroja natrio sulfido tirpalu.

Šiuo metodu kokybiškas elektrai laidžias dangas galima gauti kartojant aukščiau nurodytas operacijas kelis kartus. Tačiau netgi pakartojus operacijas tris kartus, reikia pajungti daug elektrai laidžių kontaktų, kai metalizuojami dideli paviršiai. Kitas šio būdo trūkumas yra tai, kad plovimui naudojamas karštas vanduo.

Dar yra žinomas elektrai laidžių dangų gavimo būdas (TSRS a.l. Nr. 1343616, kl. B 05 D 5/12,1/38, 1985), kai dielektriko paviršių apdoroja tirpale, kuriame yra 0,4 M CuSO_4 , 0,8 M NH_3 ir 0,1 M hidrochinono, po to apdoroja fosforo rūgšties druskos - 0,002 – 0,05 M mono, di arba tri natrio, kalio arba amonio fosfato vandeniniame tirpale, plauna vandeniu ir dar apdoroja 0,005 M natrio polisulfido vandeniniame tirpale.

Šio techninio sprendimo trūkumas yra per ilga proceso trukmė. Ant šiuo būdu gautos vario sulfido dangos galvaninę dangą galima nusodinti tik tuo atveju, kai minėto proceso operacijos kartojamos ne mažiau kaip tris kartus. Tai prailgina proceso trukmę, padidina neproduktyvų tirpalų išnešimą dengiamuoju paviršiumi ir darbinių tirpalų atskiedimą vandeniu; šio proceso negalima naudoti tipinėse automatinio režimo galvaninėse linijose.

Dar yra žinomas elektrai laidžių vario sulfido dangų gavimo būdas (SU a.l. No.1762425, kl. H 05 K 3/42,3/18,1991), kai gaminius iš dielektriko merkia į vienvalenčio vario druskos tirpalą, po to į – 0,0025-0,025 M kalio persulfato arba jodo, arba kalio nitrito tirpalą, plauna vandeniu, po to merkia į šarminio metalo polisulfidų tirpalą.

Procesą atlieka kambario temperatūroje ir visas operacijas kartoja du kartus.

Būdo trūkumas – per ilga kokybiškos sulfidinės dangos gavimo trukmė. Be to, šio būdo negalima naudoti tipinėse automatinio režimo galvaninėse linijose.

Artimiausias techninis sprendimas pagal esmę yra elektrai laidžių dangų gavimo būdas (TSRS a.l. Nr.980858, kl. B 05 D 5/12,1982), kai dielektriką apdoroja vario amoniakatiname tirpale, merkia į vandenį, po to į sulfidinimo tirpalą ir nuplauna vandeniu.

Šio techninio sprendimo trūkumas: daugkartinis operacijų kartojimas - ne mažiau tris kartus, dėl ko pailgėja proceso trukmė ir sumažėja proceso panaudojimo galimybės.

Išradimo uždavinys – pagerinti proceso technologiškumą ir gauti kokybiškas elektrai laidžias metalo sulfidines dangas ant dielektrikų paviršiaus per palyginti trumpą laiką, t.y., tik vieną kartą apdorojant gaminius metalo amoniakato ir sulfidinimo tirpale, kas leistų elektrochemiškai metalizuoti dielektrikus tipinėse automatinio režimo galvaninėse linijose.

Išradimo esmė yra ta, kad gaminius iš dielektriko nuosekliai apdoroja metalo amoniakato tirpale, kuriame yra 0,1-1,0 M CoSO_4 ir amonio hidroksido - NH_4OH iki pH 9-12, merkia į vandenį, po to apdoroja sulfidinimo tirpale.

Siūlomas būdas, palyginus su žinomais techniniais sprendimais yra technologiškesnis, nes kokybiškos elektrai laidžios dangos susiformuoja nekartojant operacijų kelis kartus, esant kambario temperatūrai. Be to, siūlomą būdą galima naudoti tipinėse automatinio režimo galvaninėse linijose ir standartiniuose įrengimuose.

Šiuo būdu gautas metalo sulfidines dangas toliau elektrochemiškai metalizuojant ištisinę galvaninę danga gaunama per palyginus trumpą laiką ir mažesnėmis darbo sąnaudomis.

Tirpalus pagal siūlomą būdą ruošia distiliuotame vandenyje ištirpinant išradimo esmėje nurodytas medžiagas.

Sulfidinimo tirpalu gali būti natrio, kalio arba amonio mono, di, tri arba tetra sulfidų tirpalai.

Gaminius iš dielektriko – ABS plastmasės 1-5 min. ėsdina tirpale, kuriame yra 3,5-4 M H_2SO_4 ir 3,5-4 M CrO_3 , esant 60-70 °C temperatūrai ir nuplauna distiliuotu vandeniu.

Gaminius iš dielektriko – smūgiams atsparaus polistireno (SAPS) ėsdina tirpale, kuriame yra 13-15 M H_2SO_4 ir 0,075-0,1 M CrO_3 , esant 20-25 °C temperatūrai, nuplauna distiliuotu vandeniu ir dar 20-30 s ėsdina emulsijoje iš ksilolo (0,15-0,2 g/l) ir sintanolo (0,15-0,2 g/l), esant 20-25 °C temperatūrai.

Gaminius po ėsdinimo 20-30 s apdoroja tirpale, kuriame yra 0,1-1,0 M CoSO_4 ir amonio hidroksido iki pH 9-12, esant 20-25 °C temperatūrai. Po to gaminius 20-30 s merkia į distiliuotą vandenį ir dar 20-30 s apdoroja tirpale, kuriame yra 0,01-0,1 M natrio, kalio arba amonio mono, di, tri arba tetra sulfidų, esant 20-25 °C temperatūrai.

Procesui pasibaigus, gaminius, plauna distiliuotu vandeniu ir 10-15 min. elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kuriame yra 1-1,2 M $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; 0,15-0,2 M $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ir 0,4-0,5 M H_3BO_3 ; pradinis srovės tankis 0,3 A/dm², kuris sklindant nikelio dangai nuo kontakto didėja iki 3 A/dm², esant 30-40 °C elektrolito temperatūrai.

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 cm/min. Be to, dangos laidumas vertinamas pagal tai, ar po elektrocheminio nikeliavimo dielektriko paviršius pasidengė nikeliu pilnai (+) ar nepilnai (-).

Siūlomo būdo efektyvumui įvertinti buvo paruošti 6 pavyzdžiai, iš kurių 1 ir 2 yra kontroliniai, o 3-6 paruošti pagal siūlomą būdą su skirtinga tirpalo komponentų koncentracija ir skirtingais technologiniais režimais.

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

1 PAVYZDYS

Plokšteles iš ABS plastmasės, kurių paviršiaus plotas 50 cm^2 3 min. ęsdina tirpale, kuriame yra 4 M H_2SO_4 ir 3,5 M CrO_3 , esant 70°C temperatūrai.

Po ęsdinimo plokšteles nuplauna vandeniu ir 30 s apdoroja tirpale, kuriame yra 0,5 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ir NH_4OH iki pH 9,5, esant 20°C temperatūrai. Po to, gaminius merkia 20 s į distiliuotą vandenį ir dar 30 s

apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,01 M Na_2S_2 , esant 20 °C temperatūrai.

Po apdorojimo gaminius plauna šaltu vandeniu ir 15 min. elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kuriame yra (M): $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 1,2; $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – 0,2 ir H_3BO_3 – 0,5; pradinis srovės tankis 0,3 A/dm², temperatūra 40 °C.

2 PAVYZDYS

Profiliuotus gaminius iš smūgiams atsparaus polistireno (SAPS), kurių paviršiaus plotas 70 cm², 30 s ęsdina tirpale, kuriame yra 15 M H_2SO_4 ir 0,1 M CrO_3 , esant 20 °C temperatūrai, nuplauna vandeniu ir dar 30 s ęsdina emulsijoje iš ksilolo (0,2 g/l) ir sintanolo (0,2 g/l), esant 20 °C temperatūrai.

Po ędinimo gaminius nuplauna distiliuotu vandeniu ir 30 s apdoroja metalo amoniakatiname tirpale, kuriame yra 0,5 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ir NH_4OH iki pH 9,8, esant 20 °C temperatūrai. Po to gaminius 20 s merkia į distiliuotą vandenį ir dar 30 s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,1 M Na_2S , esant 20 °C temperatūrai.

Po apdorojimo gaminius plauna distiliuotu vandeniu ir elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

3 PAVYZDYS

Gaminių iš ABS plastmasės paviršių ėsdina 1 pavyzdyje aprašytu būdu.

Po ėsdinimo gaminius nuplauna distiliuotu vandeniu ir 30 s apdoroja metalo amoniakatiname tirpale, kuriame yra 0,1 M CoSO_4 ir NH_4OH iki pH 10,0, esant 20 °C temperatūrai. Po to gaminius 30 s merkia į distiliuotą vandenį ir dar 30 s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,01 M Na_2S_2 .

Po apdorojimo gaminius plauna distiliuotu vandeniu ir 15 min. elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

4 PAVYZDYS

Gaminių iš smūgiams atsparaus polistireno (SAPS) paviršių ėsdina 2 pavyzdyje aprašytu būdu.

Po ėsdinimo gaminius nuplauna distiliuotu vandeniu ir 30 s apdoroja metalo amoniakatiname tirpale, kuriame yra 1,0 M CoSO_4 ir NH_4OH iki pH 10,5, esant 20 °C temperatūrai. Po to gaminius 20 s merkia į distiliuotą vandenį ir dar 30 s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,05 M K_2S_4 .

Po apdorojimo gaminius plauna distiliuotu vandeniu ir 15 min. elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

5 PAVYZDYS

Gaminių iš ABS plastmasės paviršių ėsdina 1 pavyzdyje aprašytu būdu.

Po ėsdinimo gaminius nuplauna distiliuotu vandeniu ir 30 s apdoroja metalo amoniakatiname tirpale, kuriame yra 0,25 M CoSO_4 ir NH_4OH iki pH 9,0, esant 20 °C temperatūrai. Po to gaminius 30 s merkia į distiliuotą vandenį ir 30 s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,02 M K_2S_3 .

Po apdorojimo gaminius plauna distiliuotu vandeniu ir 15 min. elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

6 PAVYZDYS

Gaminių iš smūgiams atsparaus polistireno (SAPS) paviršių ėsdina 2 pavyzdyje aprašytu būdu.

Po ėsdinimo gaminius nuplauna distiliuotu vandeniu ir 30 s apdoroja metalo amoniakatiname tirpale, kuriame yra 0,25 M CoSO_4 ir NH_4OH iki pH 12,0, esant 20 °C temperatūrai.

Po to gaminius 20 s merkia į distiliuotą vandenį ir 30 s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,1 M Na_2S .

Po apdorojimo gaminius plauna distiliuotu vandeniu ir 15 min. elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

Duomenys apie gautų dangų savybes pateikti lentelėje.

Lentelė

Tirpalo sudėtis, technologiniai ir dangų kokybės rodikliai	Pavyzdžiai		1 (kontrolinis)	2 (kontrolinis)	3	4	5	6
	Dielektrikas		ABS plastmasė	Smūgiams atsparus polistirolas	ABS plastmasė	Smūgiams atsparus polistirolas	ABS plastmasė	Smūgiams atsparus polistirolas
Metalo jonai, sudarantis amoniaką ir jų koncentracija tirpale, M			Cu (II) 0,5	Cu (II) 0,5	Co (II) 0,1	Co (II) 1,0	Co (II) 0,25	Co (II) 0,25
	Tirpalo pH		9,5	9,8	10,0	10,5	9,0	12,0
Sulfidai jų koncentracija tirpale, M			Na ₂ S ₂ 0,01	Na ₂ S 0,1	Na ₂ S ₂ 0,01	K ₂ S ₄ 0,05	K ₂ S ₃ 0,02	Na ₂ S 0,1
Nuoseklių merkimų į abu tirpalus skaičius			1	2	1	1	1	1
Galvaninės nikelio dangos sklidimo nuo kontakto greitis, cm/min			0	0,3 - 0,4	3 - 4	4 - 5	2 - 3	3 - 4
Plastmasės paviršius elektrochemiškai nusodinant nikelį pasidengė pilnai (+) arba nepilnai (-)			-	-	+	+	+	+
Dangos lygumas			-	nelygi	lygi	lygi	lygi	lygi

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

Elektrai laidžių dangų ant dielektriko paviršiaus gavimo būdas, kai gaminius iš dielektriko po ėsdinimo nuosekliai apdoroja metalo amoniakatiname tirpale, vandenyje ir sulfidinimo tirpale, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad gaminius iš dielektriko apdoroja metalo amoniakatiname tirpale, kuriame yra 0,1 – 1,0 M CoSO_4 ir amonio hidroksido iki pH 9 – 12.