

(19)



(10) **LT 4806 B**

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(11) Patent numeris: **4806**

(51) Int. Cl. 7: **B05D 5/12**

(21) Paraiškos numeris: **99-124**

(22) Paraiškos padavimo data: **1999 10 19**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **2001 04 25**

(45) Patent paskelbimo data: **2001 06 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: —

(72) Išradėjas:

Leonas NARUŠKEVIČIUS, LT
Grigorijus ROZOVSKIS, LT
Mykolas BARANAUSKAS, LT

(73) Patent savininkas:

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

(74) Patentinis patikėtinis:

Telesforas URBAITIS, 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 selektyviai elektrocheminei metalizacijai, ypač nikeliavimui. Šiuo būdu elektrai laidžios dangos gaunamos, kai gaminius iš dielektriko esdina rūgščiuose kambario temperatūros tirpaluose, turinčiuose MnO_4^- arba $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$, arba JO_4^- , arba H_2O_2 , po to apdoroja kobalto aminatiniame tirpale, turinčiame aminių iki pH 8-10, nuplauna vandenyje, parūgštintame iki pH 1-5 arba pašarmintame vandenyje iki pH 9-14 ir dar apdoroja sulfidinimo tirpale.

Elektrai laidžių dangų ant dielektriko paviršiaus gavimo būdas 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. Procesą atlieka kambario temperatūroje.

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.

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, dėl ko šio proceso negalima naudoti automatinio režimo linijose; taip pat padidina neproduktyvų tirpalų išnešimą dengiamuoju paviršiumi ir darbinių tirpalų atskiedimą vandeniu.

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, nuplauna 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, dėl ko šį būdą 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 arba aminatiniame tirpale, merkia į vandenį, po to į sulfidinimo tirpalą ir nuplauna vandeniu.

Šio techninio sprendimo trūkumai: daugkartinis operacijų kartojimas - ne mažiau tris kartus, dėl ko sumažėja proceso panaudojimo galimybės. Be to, naudojant šį būdą, negalima gauti elektrai laidžių dangų selektyviai, t.y., tik ant dengiamų detalių iš dielektriko paviršiaus.

Uždavinys: gauti kokybiškas elektrai laidžias metalo sulfido dangas ant dielektriko paviršiaus per palyginti trumpą laiką, nekartojant tų pačių operacijų kelis kartus, kas leistų su mažesnėmis darbo ir medžiagų sąnaudomis gauti dangas tipinėse automatinio režimo galvaninėse linijose.

Kitas uždavinys: elektrai laidžias dangas gauti selektyviai, t.y., tik ant dengiamų detalių iš dielektriko paviršiaus.

Išradimo esmė yra ta, kad gaminius iš dielektriko ėsdina, po to apdoroja aminatiniame tirpale, turinčiame kobalto jonų ir amonio hidroksido arba aminų iki pH 8-12, nuplauna vandenyje ir dar apdoroja sulfidinimo tirpale.

Gaminus iš dielektriko ėsdina rūgščiame kambario temperatūros tirpale, turinčiame MnO_4^- arba $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ arba JO_4^- arba H_2O_2 ir po apdorojimo metalo aminatiniame tirpale nuplauna vandenyje, parūgštintame iki pH 1-5 arba pašarmintame iki pH 9-14.

Siūlomas būdas leidžia gauti kokybiškas elektrai laidžias metalo sulfido dangas ant dielektriko paviršiaus per palyginti trumpą laiką, nekartojant tų pačių operacijų kelis kartus, t.y., su mažesnėmis darbo ir medžiagų sąnaudomis.

Siūlomą būdą galima naudoti tipinėse automatinio režimo galvaninėse linijose.

Be to, naudojant šį būdą, elektrai laidžias dangas galima gauti selektyviai, t.y., tik ant dengiamų detalių paviršiaus ir tokiu būdu išvengti izoliuotų pakabos dalių padengimo, kas svarbu toliau elektrochemiškai metalizuojant, nes gaunami minimalūs elektros energijos ir metalų, naudojamų dengimui, nuostoliai.

Sulfidinimo tirpalu gali būti natrio, kalio mono, di, tri arba tetra sulfidai.

Gaminius iš dielektriko – ABS plastmasės - 5-10 min. ėsdina tirpale, kuriame yra 13-17 M H_2SO_4 arba H_3PO_4 ir 0,05-05 M $KMnO_4$ arba $K_2S_2O_8$ esant kambario temperatūrai ir nuplauna vandeniu.

Gaminius iš dielektriko – smūgiams atsparaus polistireno (SAPS) – 5-10 min. ėsdina tirpale, kuriame yra 17 M H_2SO_4 ir 0,5-1 M KJO_4 arba H_2O_2 esant kambario temperatūrai ir nuplauna vandeniu.

Po ėsdinimo gaminius 10 min. apdoroja tirpale, kuriame yra 0,01-0,25 M $CoSO_4$, $CoCl_2$ arba CoF_3 ir monoetanolamino arba trietanolamino iki pH 8-10 esant 20-25 °C temperatūrai. Po to gaminius nuplauna vandeniu, parūgštintu H_2SO_4 arba acto rūgštimi iki pH 1-5 arba vandeniu, pašarmintu Na_2CO_3 arba $NaOH$ iki pH 9-14 ir dar 30 s apdoroja tirpale, kuriame yra 0,01-0,1 M natrio arba kalio mono, di, tri arba tetra sulfidų, esant 20-25 °C temperatūrai.

Procesui pasibaigus, gaminius nuplauna distiliuotu vandeniu, išdžiovina 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 $0,3 \text{ A/dm}^2$, kuris, sklindant nikelio dangai nuo kontakto, didėja iki 3 A/dm^2 , 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 (-).

Galimybė dielektriką metalizuoti selektyviai nustatoma pagal tai, ar metalizuojant dielektriką, izoliuota pakabos dalis metalizavosi, ar ne.

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. ėsdina tirpale, kuriame yra $4 \text{ M H}_2\text{SO}_4$, $3,5 \text{ M CrO}_3$, esant 70°C temperatūrai, nuplauna vandeniu ir 30 s apdoroja tirpale, kuriame yra $0,5 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 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 $0,01 \text{ M Na}_2\text{S}_2$, esant 20°C temperatūrai.

Po apdorojimo gaminius nuplauna 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 $\text{H}_3\text{BO}_3 - 0,5$; pradinis srovės tankis $0,3 \text{ A/dm}^2$, temperatūra 40°C .

2 PAVYZDYS

Profiliuotus gaminius iš smūgiams atsparaus polistireno (SAPS), kurių paviršiaus plotas 70 cm^2 , 30 s ėsdina tirpale, kuriame yra $15 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ ir $0,1 \text{ M CrO}_3$, esant 20°C temperatūrai, nuplauna vandeniu ir dar 30 s išlaiko emulsijoje iš ksileno ($0,2 \text{ g/l}$) ir sintanolo ($0,2 \text{ g/l}$), esant 20°C temperatūrai.

Po to gaminius nuplauna distiliuotu vandeniu ir 30 s apdoroja metalo aminatiniame tirpale, kuriame yra $0,5 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ir monoetanolamino 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 to gaminius aukščiau aprašyta seka dar kartą apdoroja metalo aminatiniame ir sulfidinimo tirpaluose.

Po apdorojimų gaminius nuplauna distiliuotu vandeniu ir elektrochemiškai nikeliuoja Uotso elektrolite, kaip aprašyta 1 pavyzdyje.

3 PAVYZDYS

Gaminių iš ABS plastmasės paviršių 10 minučių ėsdina kambario temperatūros tirpale, turinčiame 15M H_2SO_4 ir 0,05 M KMnO_4 .

Po ėsdinimo gaminius nuplauna vandeniu ir 10 min. apdoroja tirpale, kuriame yra 0,01 M CoSO_4 ir monoetanolamino iki pH 10,0, esant 20° C temperatūrai. Po to gaminius nuplauna vandenyje, parūgštintame H_2SO_4 iki pH 1 ir dar 30 s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,01 M Na_2S_2 .

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

4 PAVYZDYS

Gaminių iš smūgiams atsparaus polistireno (SAPS) paviršių 10 min. ėsdina kambario temperatūros tirpale, turinčiame 17 M H_2SO_4 ir 1M H_2O_2 .

Po ėsdinimo gaminius nuplauna vandeniu ir 10 min. apdoroja tirpale, kuriame yra 0,01 M CoF_3 ir monoetanolamino iki pH 8,0, esant 20° C temperatūrai. Po to gaminius nuplauna vandenyje pašarmintame NaOH iki pH 14 ir dar 30 s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,05 M K_2S_4 .

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

5 PAVYZDYS

Gaminių iš ABS plastmasės paviršių 5 min. ėsdina kambario temperatūros tirpale, turinčiame 13 M H_3PO_4 ir 0,5 M $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$.

Po ėsdinimo gaminius nuplauna vandeniu ir 10 min. apdoroja tirpale, kuriame yra 0,25 M CoCl_2 ir trietanolamino iki pH 9,0, esant 20° C temperatūrai. Po to gaminius nuplauna vandenyje pašarmintame Na_2CO_3 iki pH 9,0 ir 30 s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,02 M K_2S_3 .

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

6 PAVYZDYS

Gaminių iš smūgiams atsparaus polistireno (SAPS) paviršių 5 min. ėsdina kambario temperatūros tirpale, turinčiame 17 M H_2SO_4 ir 0,5 M KJO_4 .

Po ėsdinimo gaminius nuplauna vandeniu ir 10 min. apdoroja tirpale, kuriame yra 0,01 M CoF_3 ir trietanolamino iki pH 9,0, esant 20° C temperatūrai. Po to gaminius nuplauna vandenyje parūgštintame acto rūgštimi iki pH 5 ir 30 s apdoroja sulfidinimo tirpale, kuriame yra 0,1 M Na_2S .

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

Duomenys apie gautų dangų savybes pateikti lentelėje.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Elektrai laidžių dangų ant dielektriko paviršiaus gavimo būdas, kai gaminius iš dielektriko ėsdina, po to apdoroja metalo aminatiniame tirpale, nuplauna vandenyje ir dar apdoroja sulfidinimo tirpale, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad po ėsdinimo gaminius iš dielektriko apdoroja metalo aminatiniame tirpale, turinčiame kobalto jonų ir aminų iki pH 8-10.
2. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad gaminius iš dielektriko ėsdina rūgščiame kambario temperatūros tirpale, turinčiame MnO_4^- arba $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$, arba JO_4^- , arba H_2O_2 .
3. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad gaminius iš dielektriko apdoroja metalo aminatiniame tirpale, kuriame yra monoetanolamino arba trietanolamino.
4. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad gaminius iš dielektriko po apdorojimo metalo aminatiniame tirpale nuplauna vandenyje, parūgštintame iki pH 1-5 arba pašarmintame iki pH 9-14.