



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2007120936/02, 04.06.2007

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
04.06.2007

(45) Опубликовано: 20.03.2009 Бюл. № 8

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: SU 411155 A, 08.05.1974. SU 444828 A,
14.11.1974. RU 2094543 C1, 27.10.1997. GB
1378867 A, 27.12.1974.

Адрес для переписки:

346411, Новочеркасск, ул. Буденовская, 159/2,
кв.31, О.И. Нис

(72) Автор(ы):

Смирнова Нина Владимировна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

ООО "Гальвика" (RU)

(54) ЭЛЕКТРОЛИТ ДЛЯ БЛЕСТЯЩЕГО МЕДНЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области нанесения
металлических покрытий гальваническим способом
и может быть использовано в радиоэлектронной
промышленности, автомобилестроении и других
отраслях. Электролит содержит, г/л: медь
сернокислую 85-150; серную кислоту 30-50;
аммоний щавелевокислый 25-35; триэтиленгликоль

или тетраэтиленгликоль 12-18 и воду. Технический
результат: получение высококачественных, хорошо
сцепленных с основой покрытий с зеркально-
блестящей поверхностью за счет снижения
пористости, повышения адгезии и расширения
диапазона рабочих плотностей тока при
использовании нетоксичных компонентов. 1 табл.

RUSSIAN FEDERATION



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 349 685** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.
C25D 3/38 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2007120936/02, 04.06.2007**

(24) Effective date for property rights: **04.06.2007**

(45) Date of publication: **20.03.2009 Bull. 8**

Mail address:

**346411, Novocherkassk, ul. Budenovskaja,
159/2, kv.31, O.I. Nis**

(72) Inventor(s):

Smirnova Nina Vladimirovna (RU)

(73) Proprietor(s):

ООО "Gal'vika" (RU)

(54) **ELECTROLYTE FOR BRIGHT COPPER PLATING**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: electrolyte contains g/l: copper sulphate 85-150; sulphuric acid 30-50; ammonium oxalate 25-35; tri-ethylene glycol or tetra-

ethylene glycol 12-18 and water.

EFFECT: obtaining a high quality, well bonded with the main coating mirror-shiny surface.

1 tbl, 3 ex

Изобретение относится к области гальваностегии, в частности к области получения блестящих металлических покрытий, прочно сцепленных с основой, и может быть использовано в радиоэлектронной промышленности, автомобилестроении и других отраслях.

5 Известные электролиты блестящего меднения с различными органическими добавками не получили широкого распространения в промышленности по целому ряду причин. Прежде всего, блестящие слои меди являются сравнительно хрупкими, имеют плохое сцепление с основой, кроме того, обладают слабой выравнивающей способностью. В результате перечисленных причин не удается получать гладкие равномерные слои меди.

10 Известен ряд электролитов меднения, например электролит [1], содержащий, г/л:

Сернокислая медь 180-200

Серная кислота 30-50

Соляная кислота 0,01-0,03

Натриевая соль дисульфопропандисульфид 0,005-0,050

15 Метиленовый голубой 0,005-0,060

Полипропиленгликоль 0,004-0,012

Краситель 0,005-0,040

Осаждение в данном электролите проводится при катодной плотности тока 2-6 А/дм² и температуре 18-25°C при перемешивании электролита сжатым воздухом.

20 Известен также электролит блестящего меднения [2], содержащий, г/л:

Медь (мет) 70-80

Цианистый натрий 20-25

Роданистый калий 10

Этиленгликоль 30-40

25 Препарат ОС-20 6

Наилучшие результаты получаются при плотности тока 3-3,5 А/дм², температуре 68-70°C и механическом перемешивании состава.

Недостатком указанных электролитов является относительная дороговизна и токсичность используемых соединений.

30 Известен также электролит блестящего меднения [3], содержащий:

Сернокислая медь 45-120

Натрий или калий пирогосфорнокислый 200-550

Продукт конденсации щавелевой кислоты и этиленгликоля 15-25

Вода до 1 л

35 Температура 60-80°C

Плотность тока 0,05-4 А/дм²

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является сернокислый электролит блестящего меднения [4], содержащий, г/л:

40 Сульфат меди 80-90

Щавелевокислый аммоний 200-250

Процесс осуществляется при температуре 60-80°C и плотности тока 5-7 А/дм².

Недостатками указанного аналога являются узкий диапазон рабочих плотностей тока и высокая пористость покрытия.

45 Задачей данного изобретения является получение высококачественных покрытий с зеркально-блестящей поверхностью без промежуточного слоя за счет снижения пористости, повышения адгезии и расширения диапазона рабочих плотностей тока при использовании нетоксичных компонентов.

Указанный результат достигается тем, что электролит блестящего меднения, содержащий медь сернокислую, серную кислоту, аммоний щавелевокислый, а в качестве блескообразующих и выравнивающих добавок - олигоэтиленгликоли (три- или тетраэтиленгликоль) при следующем соотношении компонентов, г/л:

50 Медь сернокислая 85-150

Серная кислота 30-50

Аммоний щавелевокислый 25-35

Три- или тетраэтиленгликоль 12-18.

Процесс ведут при температуре 50-60°C и плотности тока 1-5 А/дм².

Олигоэтиленгликоли и продукты их конденсации с оксалат-ионами, которые образуются

5 в кислых растворах при повышенной температуре, создают на поверхности металла адсорбционный слой, который препятствует проникновению водорода вглубь металла основы. Образование зеркальных осадков связано с избирательной адсорбцией молекул добавок на различных гранях растущих кристаллов. Преимущественная адсорбция органического вещества на активных центрах поверхности катода приводит к тому, что
10 выделение металла происходит в основном в углубленных участках шероховатой поверхности, что вызывает сглаживание и выравнивание поверхности. Из данного электролита при высокой катодной поляризации получают качественные гальванические осадки с мелкокристаллической структурой, зеркальной поверхностью, хорошей адгезией, без применения промежуточного подслоя. При этом осадки получаются беспористые.

15 Для получения электролита блестящего меднения были приготовлены три состава компонентов (Таблица 1).

Таблица 1			
Наименование компонентов	Состав I	Состав II	Состав III (оптимальный)
Медь сернокислая, г/л	85	150	120
Кислота серная, г/л	30	50	40
Аммоний щавелевокислый, г/л	25	35	30
Три- или тетраэтиленгликоль, г/л	12	18	15
Вода, л	1	1	1

20 Электролит готовят следующим образом. Медь сернокислую растворяют в воде, нагретой до 50-60°C, фильтруют. Аммоний щавелевокислый также растворяют в воде, нагретой до 60°C, смешивают с серной кислотой и раствором меди сернокислой. Для удаления примесей электролит прорабатывают в течение 2 часов при плотности тока 0,5 А/дм², отфильтровывают и добавляют олигоэтиленгликоль (три- или тетраэтиленгликоль). Все используемые реактивы марки «ч.д.а.». Получаемое в результате использования
30 предлагаемого состава электролита покрытие имеет хорошую адгезию и блестящую зеркальную поверхность, при этом используемые компоненты нетоксичны.

Примеры составов заявляемого электролита с граничными и оптимальными значениями концентраций компонентов приведены в табл.1.

35 Пример 1. Электроосаждение меди из электролита состава I табл.1 сопровождается высокой катодной поляризацией -0,723-0,791 В при Дк=1-5 А/дм². Осадки мелкокристаллические, светлые, шероховатые, полублестящие (блеск 31-18 отн.ед.). Осадки достаточно пористы (число пор от 5 до 12 при Дк=1 А/дм² и 2-9 при Дк=5 А/дм²). Выход по току 87-93%.

40 Пример 2. Электроосаждение меди проводили из состава II табл.1 при Дк=1-5 А/дм². Потенциал катода изменяется от -0,774 до -1,126 В. Осадки хорошего качества: мелкокристаллические, гладкие, хорошо сцепленные с основой, светло-розового цвета с блестящей поверхностью (блеск 74-87 отн.ед.), рассеивающая способность электролита достаточно велика (48-54%). Осадки получаются практически беспористыми (при 5-10 мкм количество пор составляет 2-1 на 1 см²). Пластичность равна 98-100%.

45 Пример 3. Состав III табл.1. Потенциал катода меняется от -0,789 до -1,206 В, что обеспечивает катодные осадки хорошего качества, зеркальные (блеск 100-86 отн.ед.), хорошо сцепленные с основой. Пористость осадков: уже при толщине покрытия 3 мкм минимальна и составляет 3 поры на 1 см² при Дк=1 А/дм², а при Дк=5 А/дм² пористость осадков отсутствует. Пластичность 98-100%, выход по току 79-86%. Рассеивающая
50 способность электролита равна 52-48%.

Таким образом, приведенные примеры наглядно иллюстрируют преимущество заявляемого электролита блестящего меднения и позволяют получить качественные блестящие беспористые гальванические осадки.

Источники информации

1. Авторское свидетельство СССР №444828.
2. Авторское свидетельство СССР №109164.
3. Патент на изобретение РФ №2094543.
4. Авторское свидетельство СССР №411155.

Формула изобретения

Электролит блестящего меднения, содержащий медь сернокислую, серную кислоту, аммоний щавелево-кислый, блескообразующие и выравнивающие добавки и воду, отличающийся тем, что он в качестве блескообразующих и выравнивающих добавок содержит олигоэтиленгликоль - триэтиленгликоль или тетраэтиленгликоль при следующем соотношении компонентов, г/л:

медь сернокислая	85-150
серная кислота	30-50
аммоний щавелевокислый	25-35
триэтиленгликоль или тетраэтиленгликоль	12-18