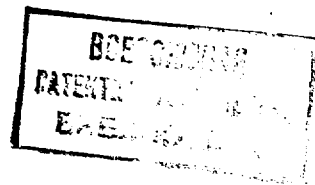




ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГИИТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



- (21) 4234684/31-02
- (22) 23.04.87
- (46) 30.03.89. Бюл. № 12
- (71) Минский радиотехнический институт и Институт физико-органической химии АН БССР
- (72) Л.К.Кушнер, А.П.Достанко, Н.С.Козлов, С.И.Козинцев, А.А.Хмыль, М.К.Пархоменко и О.А.Лисай
- (53) 621.367.7:669.6.24(088.8)
- (56) Авторское свидетельство СССР № 1203132, кл. С 25 D 3/60, 1986.

Вячеславов П.М. Электролитическое осаждение сплавов. Л.: 1971, Машиностроение, с.43.

- (54) ЭЛЕКТРОЛИТ ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ ПОКРЫТИЙ СПЛАВОМ ОЛОВО-НИКЕЛЬ
- (57) Изобретение относится к гальванотехнике, в частности к электролитам для осаждения металлических покрытий из сплава олово-никель. Цель -

снижение внутренних напряжений и повышение защитно-декоративных свойств покрытий. Это достигается тем, что электролит дополнительно содержит полиэтиленполиамин и N-ацетонитрилморфолина гидрохлорид при следующем соотношении компонентов, г/л: хлористое олово 40-50; хлористый никель 200-300; фтористый аммоний 30-60; фтористый натрий 20-30; полиэтиленполиамин 2-30 мл/л; N-ацетонитрилморфолина гидрохлорид 0,03-0,15. Электролит позволяет получать качественные покрытия сплавом олово-никель, обладающие низкими внутренними напряжениями ($0,1-0,15 \cdot 10^8$ Н/м²) и вследствие высокого блеска (50-60%) и коррозионной стойкости (ток коррозии $1,1-2,5 \cdot 10^{-6}$ А) покрытий повышенными защитно-декоративными свойствами. 3 табл.

1

Изобретение относится к гальванотехнике, в частности к электролитам для осаждения металлических покрытий из сплава олово-никель, и может быть использовано для изделий радиотехнической, электронной и ювелирной промышленности при нанесении защитно-декоративных покрытий.

Целью изобретения является снижение внутренних напряжений и повышение защитно-декоративных свойств покрытий сплавом олово-никель.

Электролит для осаждения покрытий сплавом олово-никель, включающий хлористый никель, хлористое олово, фтористый аммоний и фтористый натрий, дополнительно содержит полиэтилен-

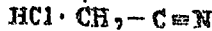
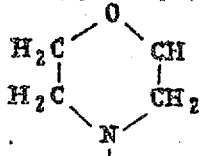
2

полиамин и N-ацетонитрилморфолина гидрохлорид.

Синтез N-ацетонитрилморфолина гидрохлорид осуществляют по следующей методике. К раствору 1 моль морфолина в 100 мл бутанола-1 при охлаждении (10-12°C) в течение 2 ч добавляют по каплям 0,5 моль нитрила монохлоруксусной кислоты. Затем смесь нагревают при перемешивании на кипящей водяной бане 3 ч. Выпавшие после охлаждения кристаллы растворяют в воде и обрабатывают 20%-ным раствором K₂CO₃ с последующей экстракцией эфиром. Эфирную вытяжку высушивают над прокаленным поташом. Выпавшие после отгонки растворителя кристаллы перекристал-

(19) SU (11) 1468980 A1

лизуются из этилового спирта. Выход N-ацетонитрилморфолина составляет ~90%, т.пл. 59-60°C. Для получения гидрохлорида N-ацетилнитрилморфолина последний растворяют в сухом эфире с последующим насыщением сухим HCl. Полученные кристаллы гидрохлорида перекристаллизовывают из этилового спирта. Структурная формула N-ацетонитрилморфолина гидрохлорида имеет вид:



Приготовление электролита осуществляют следующим образом.

В раствор хлористого никеля в горячей дистиллированной воде вводят при перемешивании половину объема раствора фторидов аммония и натрия, затем раствор хлористого олова и остатки раствора фторидов. После этого добавляют полиэтиленполиамин и растворенный в воде N-ацетонитрилморфолина гидрохлорид с последующим доведением до pH 2-3 раствором соляной кислоты и доведением объема электролита до необходимого.

Приготовленный электролит работает при 50-70°C, pH 2-4 и плотности тока 0,5-5 а/дм².

Примеры конкретного опробования электролита и результаты опробования приведены в табл. 1.

В табл. 2 показано влияние плотности тока на степень блеска покрытий и коэффициент растекания припоя для состава электролита по примеру 1.

В табл. 3 приведена зависимость внутренних напряжений покрытий от концентрации N-ацетонитрилморфолин гидрохлорида.

Исследование рассеивающей способности электролита проводили в щелевой ячейке Молера с разборным катодом, состоящим из десяти латунных пластин шириной 9,8 мм каждая.

Микротвердость покрытий сплавом олово-никель измеряли на микротвердомере ПМТ-5 методом статистического вдавливания алмазной пирамиды нагрузкой 50 г. Блеск покрытий определяли с помощью фотоэлектрического блескомера ФБ-2 в относительных единицах по отношению к свеженанпыленному серебряному зеркалу.

Коррозионную стойкость осадков определяли электрохимическим методом регистрации катодно-анодных поляризационных кривых и вычисления тока коррозии. Внутренние напряжения покрытий измеряли по методу деформации гибкого катода.

Способность покрытий к пайке измеряли методом определения коэффициента растекания припоя по высоте капли растекающегося припоя по формуле

$$K_p = \frac{D - H_k}{D} \cdot 100\%,$$

где H_k - высота капли растекающегося припоя;

D - диаметр гипотетической капли припоя, определяемый из предположения отсутствия силы тяжести исходной дозы припоя по уравнению

$$D = \sqrt{\frac{6M}{\pi\rho}},$$

где M - масса дозы припоя;

ρ - плотность припоя в расплавленном состоянии.

Результаты опробования показывают, что электролит имеет высокую рассеивающую способность (63-67%) и позволяет получать качественные покрытия сплавом олово-никель, обладающие низкими внутренними напряжениями (0,1-0,15 · 10⁸ Н/м²) и, вследствие высокого блеска (50-60%) и коррозионной стойкости (ток коррозии 1,1-2,5 · 10⁻⁶ А) покрытий, повышенными защитно-декоративными свойствами. Микротвердость покрытий составляет 450-480 кгс/мм². Использование для электролита нестандартных режимов электролиза (импульсного и реверсивного тока) способствует дальнейшему повышению качества покрытий. Так, например, использование реверсивного тока при $t_{пр} : t_{обр} = 60 : 20$ мс обеспечивает осаждение покрытий сплавом олово-никель, которые уже при толщине в 6 мкм практически не корродируют (ток коррозии равен 0).

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Электролит для осаждения покрытий сплавом олово-никель, включающий хлористое олово, хлористый никель, фтористый аммоний и фтористый натрий,

отличающийся тем, что, с целью снижения внутренних напряжений и повышения защитно-декоративных свойств покрытий, он дополнительно содержит полиэтиленполиамин и N-ацетонитрилморфолина гидрохлорид при следующем соотношении компонентов, г/л:

5

Хлористое олово	40-50
Хлористый никель	200-300
Фтористый аммоний	30-60
Фтористый натрий	20-30
Полиэтиленполиамин, мл/л	2-30
N-Ацетонитрилморфолина гидрохлорид	0,03-0,15

Т а б л и ц а 1

Компоненты электролитов и результаты опробования	Примеры					Прототип
	1	2	3	4	5	
Хлористый никель, г/л	250	200	300	100	400	300
Хлористое олово, г/л	45	40	50	30	70	50
Фтористый аммоний, г/л	50	30	60	10	90	40
Фтористый натрий, г/л	35	20	30	10	50	20
Полиэтиленполиамин, мл/л	15	2	30	0,5	50	
N-Ацетонитрилморфолина гидрохлорид, г/л	0,09	0,03	0,15	0,01	0,3	
Температура, °C	60	60	60	60	60	60
Толщина, мкм	10	6	6	6	6	6
Степень блеска, %	54	51	60	43	56	25
Ток коррозии, 10^{-6} А	1,1	2,3	2,5	3,6	4,1	6,5
Рассеивающая способность	65	63	67	61	68	43
Коэффициент растекания припоя, %	79	80,1	80,8	77	81	76,2

Т а б л и ц а 2

Показатель	Плотность тока, А/дм ²					
	0,5	1	2	3	5	6
Степень блеска покрытий, %	50	52	54,5	56,3	55,3	49,7
Коэффициент растекания припоя, %	78	79,1	80,3	81	78,5	77

Т а б л и ц а 3

Состав электролита, г/л	Внутренние напряжения, 10^8 Н/м ² , при концентрации N-ацетонитрилморфолина гидрохлорида, г/л					
	0	0,09	0,03	0,15	0,01	0,3
Хлористый никель 250						
Хлористое олово 45						
Фтористый аммоний 40						
Фтористый натрий 35						
Полиэтилен-полиамин 15	-0,5	+0,1	+0,04	+0,12	-0,3	+0,2
Хлористый никель 300						
Хлористое олово 50						
Фтористый аммоний 40	-1,3					
Фтористый натрий 20						
(прототип)						

Составитель В. Букреев

Редактор М. Бандура

Техред Л. Сердюкова

Корректор М. Максимишинец

Заказ 1321/28

Тираж 605

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101