

3303029

ИНН ПОКРЫТИЕ медных поверхностей путем замены ПОКРЫТИЯ-Люсия Н. Шипли, Ньютон, штат Массачусетс, цедентом Shipley Company, Inc, Уэлсли, штат Массачусетс, корпорация штата Массачусетс

Подано январь 23,1964, сер. Номер 339 793 16 исков. (СІ. 106-1)

Данное изобретение относится к улучшению покрытия из олова на меди, медных сплавов и других металлов, химической замены, и является продолжением в части заявки. Номер 116673, в настоящее время заброшены.

Погружение покрытия решений для обеспечения покрытия из олова на медь и т.п. содержащие соли олова, Ти оига и кислоты были до сих пор известны и описаны, например, в патентах США 2282511, 2369, -620 и 2891871. Хотя эти решения и методы оперативно, в результате покрытия оловом не как чистые, яркие, плотные, ни как устойчивость к травителей как это иногда желательно. Кроме того, толщина покрытия из олова, которые могут быть применены с ним ограничен тем, что расширенное осаждения производит покрытия низкого качества.

Это является основной задачей настоящего изобретения является создание усовершенствованных методов осаждения олова и решения, которые являются более стабильными, которая производит лучшее качество покрытия, и которые позволяют осаждения следует продолжать в течение длительного периода времени, чем раньше, возможно. Меха термо объекты включают в себя предоставление ярче, плотнее и более равномерного покрытия из олова, которые являются более устойчивыми к травителей, чем покрытие до сих пор доступны.

В соответствии с настоящим invention было обнаружено, что осаждения олова решения указанного выше типа, а именно, типа, содержащие кислоты, тиомочевины или эквивалент, и растворимый, соли олова, значительно улучшились путем включения в нее гипофосфит ионов.

Этот ион может быть получена путем растворения в растворе hypophospho-Рауса кислоты или соли щелочных металлов, предпочтительно так среде гипофосфит. Количество этого ингредиента не является критической, даже в небольших количествах предоставление некоторых улучшить ния, и большое количество быть терпимым. Предпочтительными являются те суммы эквивалентной гипофосфита натрия примерно от 3 до 400 граммов на литр, а наиболее прив тельной степени от 10 до 100 граммов на литр. В этих решениях известно, что соли олова является источником олова, тиомочевины комплексобразователь, и кислота обеспечивает желаемого значения.

Гипофосфит иона не уменьшает олова ионов металла с образованием депозит, депозит продолжает формироваться путем замены медных или, как в сюр лице проходит покрытия. Однако он выполняет ряд других полезных функций, включая поддержание стабильности в гальваническую ванну во время хранения и использования, в увеличением растворимости олова комплекса в ванной, и / или обеспечение более равномерного покрытия на поверхность во время покрытия. Считается, что ион функций по стабилизации ванны, как антиоксидант, чтобы пре вентилиационные отверстия или ограничить образование иона олова, который был найден, чтобы быть вредным.

Предпочтительно также, что органические кислоты, например, уксусная кислота, лимонная кислота, яблочная кислоты, малеиновой кислоты, глюко-heptonic кислота, гликолевая кислота, или глюконо-дельта-лак-тон, быть включены в композицию. Эта кислота является не-эс Существенно ни его количество критических. В то время как минеральные кислоты или органические могут быть использованы отдельно, смесь из двух предпочтительнее. РН предпочтительно не более 2,0 и наиболее предпочтительно не более чем 1,0. Все кислотам, будь то органические или минеральные, должны быть неокисляющих в ванной. Небольшое количество подходящий увлажняющий агент также предпочтительно в составе, для бывших достаточно,

octylphenoxyethanol, но не существенно.

Композиции согласно изобретению иллюстрируются следующими примерами. Пример 1 является в настоящее время наиболее предпочтительным.

Пример 1

SnCl ₂ (anhydrous) g. -----	20
Thiourea, g. -----	75
HCl (conc.), ml. -----	50
NaH ₂ PO ₄ ·H ₂ O, g. -----	16
Wetting agent, g. -----	1
Water to make 1 liter.	

Настоящее решение может работать на любой температуре при которой олово остается растворимым комплекс, который может быть примерно от комнатной температуры до приближения только точки кипения раствора. Для приведенного выше примера 1, предпочтительный диапазон температур составляет от примерно 150 ° F до 180 ° F. Для низких температур операция, предпочтительно заменить серную кислоту соляной и разбавленной решения несколько, например достаточно примерно на половину, чтобы улучшить растворимость олова. При желании, концентрация также может быть существенно увеличена, например, в три раза, хотя в более высоких концентрациях может быть необходимым, чтобы поднять температуру держать олова в растворе.

Хотя приведенные выше материалы и концентрации пре привилегированных, концентрации не являются критическими и эквивалентные материалы могут быть использованы. Соли олова, тиомочевина или его эквивалентов, гипофосфит. иона, и достаточно не-оксидирующая кислоты, чтобы обеспечить подходящие pH не требуется.

В то время как хлорид олова является предпочтительным источником стан нус ионов, другие известные кислоты растворимы соли двухвалентного олова могут быть использованы, например, сульфат олова и олова fluoroborate. Тиомочевина образует комплекс олова, два моля тиомочевина на моль иона олова, and.it является пре привилегированных использовать избыток тиомочевина, как показано в приведенном выше примере, и привел патентов. Производные тиомочевина могут быть заменены для них, как описано в патенте США № 2891871. Другие известные эквиваленты выше ма териалов раскрывается в искусстве, например, в этих трех процитированных патентов искусства.

В то время как количество олова настоящее ионов в растворе ных не является критическим, небольшое количество предоставление некоторых DEP ложное высказывание, значительное количество предпочтительнее, чтобы увеличить скорость осаждения, примерно от 20 до 60 граммов хлорида олова за литр является наиболее предпочтительным. При желании, концентрация может быть 2,0 моль на литр или даже сидел фигурации при использовании температуры. Использование huporphos ного графита иона, как описано здесь существенно увеличивает количество олова иона, что может быть полезно включить в растворе.

Для осуществления оловянного покрытия, то это просто необходимо лечить чистой поверхности меди с вышеуказанными ванну, желательно методом погружения. Поверхность можно рассматривать течение времени, достаточного для создания требуемой толщины. На этот раз лечение может существенно превышать 15 до 30 минут максимум возможного с известными решениями. Типичная толщина про ПРЕДОСТАВЛЕННЫМ по медной поверхности с решением выше примере 1 показано ниже в таблице, толщина находится в миллионных долях дюйма:

Таблица I

5 minutes	53
10 minutes	95
30 minutes	132
60 minutes	189

Другие примеры приведены ниже в таблице II решения лучшая операционная при различных температурах и при этом гипофосфит ионных предлагается существенно увеличить количество олова настоящее ионов.

Table II

	2	3	4	5
Ingredient:				
SnCl ₂ (anhydrous), g	20	40	40	150
Thiourea, g	75	150	150	250
HCl (conc.), ml	80	90		
H ₂ SO ₄ (98%), ml			40	45
NaH ₂ PO ₂ ·H ₂ O, g	90	120	120	200
Wetting Agent, g	1	1	1	1
Water, to make, liters	1	1	1	1
Operating Temperature, ° F	(¹)	(²)	(¹)	(³)

¹ 100° F. or above.
² 140° F. or above.
³ 175° F. or above.

На рисунке показано увеличение растворимости олова комплекса получены с использованием гипофосфит ионов. На чертеже, температура кристаллизации, наблюдаемый без агитации, построена ординат против концентрации ионов в гипофосфит гальванических ванн, имеющих постоянный хлорид олова, тиомочевины, и концентрации кислоты. Эти ингредиенты были представлены следующим образом:

	Curve "A"	Curve "B"
SnCl ₂ (anhydrous), g	24	12
HCl (conc.), ml	50	50
Thiourea, g	90	45
Hypophosphite, mols	0 to .77	0 to .77
Water, to make, ml	600	600

Гипофосфит ионных был добавлен раствор, полученный путем добавления к 50% по объему водного раствора гипо-фосфорные кислоты, NaH₂P02.H2O в сумме, равной в граммах на объем в мл. из 50% раствора кислоты. Растворы готовили горячее, около 180 ° F. и оставляют медленно охлаждаться и температура, при которой кристаллизация впервые появилась было. записаны.

Хотя приведенные выше решения могут быть получены и хранятся, как указано в примере выше, это более практично для хранения и отгрузки, смешать сухие ингредиенты, бывший достаточно, хлорид олова, тиомочевины, натрия hурорфос ного графита, и смачивателя примера 1, а затем растворить их в воде и кислоте непосредственно перед использованием. С фосфорноватистая кислота представляет собой жидкость ^ ее соли щелочных металлов, предпочтительно используются в сухую композицию.

В дополнение к предоставлению олова покрытий на медь и ее сплавы, такие как бронза, латунь, изобретение также успешно при условии, оловянного покрытия на золото и свинец или их сплавов, а также предоставлять полезную покрытие оловом на любой металл перемещаться с оловом от тиомочевины типа комплекса.

Следует понимать, что приведенное выше описание для целей иллюстрации и о том, что ния изобретений включает в себя все эквиваленты и модификации, входящие в объем прилагаемой формулы изобретения.

Я утверждаю:

1. В методе, в котором медистых поверхность покрыта путем замены олова содержащие лечения с водным раствором кислоты, содержащей тиомочевины и кислоты растворимы соли и олова, имеющего рН существенно не превышает 2,0, улучшение включает добавление к ней материала, выбранного из группы состоящую из фосфорноватистой кислоты и соли щелочных металлов.
2. Способ по п.1, в котором решение ние также содержит неокисляющих органические кислоты.
3. Способ по п.1, в котором решение ние содержит гипофосфит ионов в сумме, эквивалентной;. Примерно от 3 до 400 граммов гипофосфита натрия на литр.
4. Метод формирования клейкое покрытие олова на поверхность • медистых, включающий как этапы лечения этой поверхности с помощью водного раствора олова в течение времени, достаточного достаточна для осаждения желаемого покрытия по этому вопросу, и после удаления указанной поверхности из раствора, сказал Раствор, содержащий неокисляющих кислоты, достаточном для обеспечения рН не более 2,0, растворенной соли олова олова в количестве, достаточном, чтобы обеспечить полезный вклад олова, но не существенно превышающих около 2-0 пылинки за литр, по крайней мере, 2 моль тиомочевины на моль олова иона, а материал, выбранный из группы, состоящей из фосфорноватистой кислота и ее соли щелочных металлов.
5. Способ по п.4, в котором заявил ного раствора содержится гипофосфит эквивалентных иона от около От 3 до 400 граммов гипофосфита натрия на литр.
6. Твердые композиции, адаптированной для смешивания с *acid* Fied воду для осуществления замены покрытия из олова меди и медных Оуег сплавов, говорит, композиция, состоящая Эссен ственно из кислотно-растворимых солей олова в количестве адаптированных о ропуске, чтобы обеспечить полезный вклад олова но не существенно превышает примерно 2,0 моль на литр раствора, имеющего рН не более, примерно 2,0, по крайней мере, 2 моль тиомочевины на моль олова ионов и солей щелочных металлов фосфорноватистой кислоты в количестве эквивалентно одолжил около 3 до 400 грамм гипофосфита натрия на литр.
7. Композиция по п.6, в котором указанная композиция содержит также неокисляющих органические кислоты.
8. Водный раствор для погружения покрытие оловом путем замены, сказал раствор, состоящий в основном из неокисляющих кислоты, достаточном для обеспечения рН не превышает примерно 2,0, кислотно-растворимых солей олова в количестве, доста ficient, чтобы обеспечить хранение usefullin, но не существенно превышает примерно 2,0 моль на литр, по крайней мере, 2 моль на моль тиомочевины олова иона, а материал, выбранный из группы, состоящей из фосфорноватистой кислота и ее соли щелочных металлов.
9. Решение по п. 8, где сказали ного раствора содержится неокисляющих минеральной кислоты и неокисляющих органические кислоты.
10. Решение по п. 9, где сказал Стэн нус соли хлорида олова и сказал материала гипофосфита натрия.
11. Решение по п. 8, где указанный материал присутствует в сумме, эквивалентной примерно от 3 до примерно 400 граммов гипофосфита натрия на литр.
12. В методе, в котором медистых поверхность покрыта оловом путем обработки водным раствором кислоты кон содержащих тиомочевины и кислоты растворимы соли и олова, имеющего рН существенно не превышали 2,0, им проovement содержащий стабилизирующий раствор, добавив к ней материала, выбранного из группы, состоящей из фосфорноватистой кислота и ее соли щелочных металлов.
13. Метод формирования клейкое покрытие олова на поверхность медистых, включающий как этапы лечения ния сказал поверхность водного раствора олова течение времени, достаточного для нанесения желаемого покрытия по этому вопросу, и после удаления указанной поверхности из раствора, указанного раствора содержащие неокисляющих кислоты достаточно, чтобы про смотри рН не более 2,0, растворенной соли олова олова в количестве, достаточном для обеспечения полезного месторождения олова, но не существенно превышает примерно 2,0 моль на литр, по крайней мере, 2 моль тиомочевины На моль иона олова, и, как стабилизатор,

материал, выбранный из группы, состоящей фосфорноватистой кислоты и ее соли щелочных металлов.

14. Твердые композиции, адаптированной для смешивания с acidified воду для осуществления замены покрытия из олова на меди и медных сплавов, состав которого существенно кислото-растворимы соли олова в количестве адаптированных о распуске, чтобы обеспечить полезный вклад олова но не существенно превышает примерно 2,0 моль на литр раствора, имеющего pH не превышает примерно 2,0, по крайней мере, 2 моль тиомочевины на моль иона олова и, как стабилизатор, соль щелочного металла фосфорноватистой кислоты.

15. Водный раствор для погружения покрытием олова перемещения, состав которого в основном из неокисляющих кислоты, достаточном для обеспечения pH не превышает примерно 2,0, кислотно-растворимых солей олова в количестве, достаточном, чтобы обеспечить полезный вклад олова, но не существенно существенно превышает примерно 2,0 моль на литр, по крайней мере, 2 моль тиомочевины на моль иона олова, и, как стабилизатор, материал выбран из группы, состоящей из hypophosphorous кислоты и ее соли щелочных металлов.