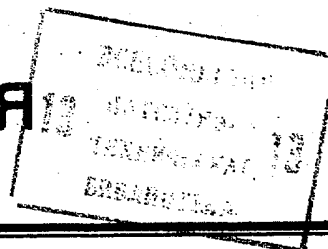




ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



- (21) 3278127/22-02
- (22) 09.03.81
- (46) 23.03.83. Бюл. № 11
- (72) В.А. Кирилов и А.Д. Кислячук
- (53) 621.357.7.669.234 (088.8)
- (56) 1. Авторское свидетельство СССР № 572539, кл. С 25 D 3/50, 1976.
- 2. РЖ "Коррозия и защита от коррозии", № 12, 1977, реф. 12 к 457.

(54) (57) ЭЛЕКТРОЛИТ БЛЕСТЯЩЕГО ПАЛЛАДИРОВАНИЯ, содержащий хлорид палладия, сульфат аммония, 97%-ный моноэтаноламин и органическую азотсодержащую добавку, отличающийся тем, что, с целью повышения блеска и коррозионной стойкости покрытий и снижения их внутренних напряжений, он дополнительно содержит

смесь окиси этилена и высших жирных спиртов (препарат ОС-20 марки В), а в качестве органической азотсодержащей добавки - гексаметилендиамин-тетрауксусную или диэтилентриамин-пентауксусную кислоту при следующем соотношении компонентов, г/л:

Хлорид палладия	10-40
Сульфат аммония	20-40
97%-ный моноэтаноламин	80-160
Препарат ОС-20 марки В	0,5-1,5
Гексаметилендиамин-тетрауксусная или диэтилентриаминпентауксусная кислота	0,3-1,0

Изобретение относится к гальваностегии, в частности к электролитическому осаждению палладия, и может быть использовано для получения покрытий на деталях и разъемах в радиотехнике.

Известен электролит для осаждения покрытий палладием, содержащий соединение палладия, сернистый аммоний, мочевины, сахарин, 2,2'-дипиридил [1].

Покрытия из данного электролита, в зависимости от плотности тока, имеют микротвердость 330-345 кгс/мм², с внутренними напряжениями 10 - 12 кгс/мм² и при больших толщинах они растрескиваются.

Наиболее близким к изобретению является электролит для осаждения покрытий палладием, содержащий хлорид палладия, 97%-ный моноэтанол-амин, сульфат аммония и органическую азотсодержащую добавку - сахарин [2].

Однако покрытия из известного электролита получаются недостаточно блестящими (отражательная способность составляет 65%), с высокими внутренними напряжениями, кроме того, они обладают недостаточной коррозионной стойкостью.

Целью изобретения является повышение блеска и коррозионной стойкости покрытий и снижение их внутренних напряжений.

Указанная цель достигается за счет того, что электролит, содержащий хлорид палладия, сульфат аммония, 97%-ный моноэтанол-амин и органическую азотсодержащую добавку, дополнительно содержит окись этилена и высших жирных спиртов (препарат ОС-20 марки В), а в качестве органической азотсодержащей добавки - гексаметилендиаминтетрауксусную или диэтиленetriаминпентауксусную кислоту при следующем соотношении компонентов, г/л:

Хлорид палладия	10-40
Сульфат аммония	20-40
97%-ный моноэтанол-амин	80-160
Препарат ОС-20 марки В	0,5-1,5
Гексаметилендиаминтетрауксусная или диэтиленetriаминпентауксусная кислота	0,3-1,0

Процесс осаждения следует проводить при рН 8,0-10,0, температуре 20-50°C, плотности тока 0,5 - 1,5 А/дм² в течение 0,25-2 ч (в

зависимости от требуемой толщины покрытия).

Введение в электролит палладирования препарата ОС-20 позволяет повысить физико-механические свойства, а именно получать палладиевые покрытия с внутренними напряжениями 3,5-4,5 кгс/мм², равномерно распределять металл по покрываемой поверхности, увеличить рассеивающую способность электролита и стабильность его работы, а введение гексаметилендиаминтетрауксусной или диэтиленetriаминпентауксусной кислоты повышает выравнивающую способность электролита, придает покрытию повышенную коррозионную стойкость, блестящий вид непосредственно из гальванической ванны, что исключает дополнительную механическую полировку деталей.

Пример. Для нанесения палладиевых покрытий на медные образцы готовят несколько электролитов, состав которых приведен в таблице. Для сравнения получают покрытия из известных электролитов (примеры 1 и 2 в таблице).

Полученные покрытия испытывают на коррозионную стойкость, кроме того, определяют их блеск, внутренние напряжения и некоторые другие качественные показатели. Анодом во всех случаях служит металлический палладий.

При этом внутренние напряжения, возникающие в осадках при электроосаждении, определяют методом растяжения - сжатия ленточного катода с автоматической записью кривой деформации.

Для исследования рассеивающей способности применяют щелевую ячейку Хулла.

Для измерения микротвердости используют прибор ПМТ-3 при нагрузке на алмазную пирамиду 20 г.

Испытания на износостойкость проводят на машине трения СМЦ-2. Результаты испытаний оценивают гравиметрическим методом.

Коррозионную стойкость покрытий при толщине покрытия палладием 9 мкм оценивают по результатам испытания в камере влаги типа 3126.

Отражательную способность изучают с помощью блескометра ФБ-2.

Предлагаемый состав электролита может быть использован не только для получения покрытий из чистого палладия, но и из его сплавов, что иллюстрируется примером 8.

Полученные данные приведены в таблице.

Состав электролита и его свойства	Электролит							
	Известный				Предлагаемый			
	1	2	3	4	5	6	7	8

Палладий хлористый, г/л	10	10	10	20	30	40	40	30
Аммоний сернокислый, г/л	20	20	20	30	40	40	40	40
Мочевина, г/л	100							
Сахарин, г/л	0,3	0,4						
2,2'-Дипиридил, г/л	0,03							
97%-ный моноэтанолламин, г/л	50		80	80	120	160	160	120
Препарат ОС-20 марки В, г/л			0,5	0,6	0,8	1,0	1,5	0,8
Гексаметилендиаминтетрауксусная кислота, г/л			0,3	0,6	0,8	1,0	1,0	0,8
					или			
Диэтилтриаминпентауксусная кислота, г/л			0,3	0,6	0,8	1,0	1,0	0,8
Никель хлористый, г/л								1,0
pH	7	8	8	8	9	10	10	9
Температура, °C	20	18	20	20	25	30	30	25
Плотность тока, А/дм ²	1	0,3	0,5	0,5	1,0	1,5	1,5	1,0
Продолжительность, ч	0,18	0,3	0,5	0,5	1,0	1,5	1,5	1,0

Состав электролита и его свойства

Электролит

	Известный								Предлагаемый							
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	8	15	20	20	7	8	
Толщина, мкм	95	96	94,8	95	90.	85	83	90	9	8	15	20	20	20	15	
Выход по току, %	72,6	64,8	79,3	80,7	82,3	76,2	80,5	83,6	330	340	376	380	410	440	438	450
Отражательная способность, %, при покрытии Пд 9*	-	-	106	107	122	135	134	140	-	-	106	107	122	135	134	140
Микротвердость, кг/мм ²	4-6	6-9	1-2	1-2	1-2	3-4	3-4	1-2	4-6	6-9	1-2	1-2	1-2	3-4	3-4	1-2
Износостойкость, %	Не отслаивается до излома															
Переходное электрическое сопротивление, Ом, при нагрузке 2,5 Г, I=0,02 А	10-12	10,3	3,65	3,5	4,0	4,5	4,5	4,2	10-12	10,3	3,65	3,5	4,0	4,5	4,5	4,2
Пористость, пор/см ²	Не отслаивается до излома															
Сцепление с основой, количество гибов	Не отслаивается до излома															
Коррозионная стойкость, сут, при покрытии Пд 9 (влажность 95%, T 30°C)	20	60	61	60	60	58	56	60	20	60	61	60	60	58	56	60
Рассеивающая способность, %	10,3	17,9	18	16	16	11,8	12	15,9	10,3	17,9	18	16	16	11,8	12	15,9
Стабильность электролита по блеску образующим добавкам, сут	31,8	32	32	32	32	32	32	32	31,8	32	32	32	32	32	32	32
Внутренние напряжения, кгс/мм ²	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,2	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,2

* Данные по отражательной способности приведены для образцов, подвергнутых предварительной полировке.

Как видно из таблицы, предлагаемый электролит обеспечивает получение блестящих палладиевых покрытий с высокой коррозионной стойкостью и низкими внутренними напряжениями при сохранении других высоких качественных характеристик, что позволяет использовать изобретение в различных отраслях техники, в частности радиотехнике.

Кроме того, изобретение позволяет уменьшить расход драгоценного металла за счет возможного снижения толщины покрытия и исключения полировки изделия, экономия которого только на одном предприятии радиотехнической промышленности составит 420 - 560 руб. в год.

Редактор Н. Егорова Составитель Л. Казакова Корректор Е. Рошко
Техред М. Коштура

Заказ 2058/44 Тираж 641 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4