



Государственный комитет  
СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 857305

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 13.12.79 (21) 2851686/22-02

(51) М. Кл.<sup>3</sup>

с присоединением заявки № -

С 25 D 3/52

(23) Приоритет -

Опубликовано 23.08.81. Бюллетень № 31

(53) УДК 621.357.7:  
:669.234(088.8)

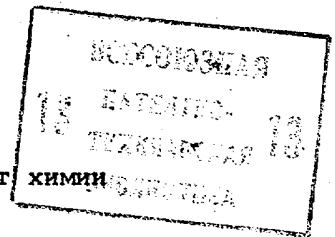
Дата опубликования описания 23.08.81

(72) Авторы  
изобретения

С.И.Хотянович и П.А.Юзикис

(71) Заявитель

Ордена Трудового Красного Знамени институт  
и химической технологии АН Литовской ССР



### (54) ЭЛЕКТРОЛИТ ПАЛЛАДИРОВАНИЯ

Изобретение относится к гальвано-1  
стегии, в частности к электролитическому осаднению палладиевых покрытий.

Известны амминохлоридные электро-  
литы палладирования для получения  
матовых покрытий, содержащие хлористый  
палладий, соляную кислоту, аммиак,  
сернокислый аммоний и хлористый ам-  
моний. С целью получения малопористых  
покрытий в этот электролит вводят  
сульфит натрия [1] и [2].

Однако эти электролиты не позво-  
ляют получать качественные палладие-  
вые покрытия толщиной более 5 мкм.

Наиболее близким по технической  
сущности является электролит, содер-  
жащий хлористый палладий, сернокис-  
лый аммоний, гидроксид аммония и са-  
харин [3].

Из известного электролита при тем-  
пературе 20-60°C в интервале катодных  
плотностей тока от 0,6 до 1,6 А/дм<sup>2</sup>  
можно осаждать полублестящие осадки  
палладия толщиной до 20 мкм, мини-  
мальная пористость которых составля-  
ет 0,05%, а степень блеска не пре-  
вышает 18%. При толщинах более 20 мкм  
в покрытиях возникают микротрещины.

Цель изобретения - повышение ка-  
чества покрытия.

Поставленная цель достигается тем,  
что известный электролит дополни-  
тельно содержит динатриевую соль 1-  
-карбокси-8-гептадецен-11-ил серной  
кислоты при следующем соотношении  
компонентов, г/л:

Хлористый палладий	20-40
Сернокислый аммоний	20-30
Соляная кислота	15-25
Гидроксид аммония	150-250
Сахарин	0,2-0,6

Динатриевая соль  
1-карбокси-8-гепта-  
децен-11-ил серной  
кислоты 0,2-0,4  
15  
Указанное соединение ( $C_{18}H_{32}Na_2O_6S$ )  
является поверхностно-активным веще-  
ством, хорошо смачивающим палладий  
и не разлагающимся в процессе элект-  
ролиза.

Введение этого соединения в элект-  
ролит палладирования обеспечивает  
возможность получения толстослойных  
(до 60 мкм), высокоблестящих, практи-  
чески беспористых покрытий.

Процесс осаждения рекомендуют про-  
водить при pH электролита 8,5-9,5,  
катодной плотности тока от 0,5 до  
2,0 А/дм<sup>2</sup>, температуре 15-30°C, же-  
лательно анодную область отделить от

катодной микропористой диафрагмой. В этом случае анолитом может служить раствор, соединяющий 150 мл/л 25%-ного раствора аммиака и 30 г/л сульфата аммония. Корректирование электролита производят добавлением расчетного количества диаминдихлорпалладия после уменьшения его концентрации на 30%. Сульфат аммония добавляется один раз в месяц. Содержание сахарина и динатриевой соли 1-карбокси-8-гептадецен-11-ил серной кислоты не анализируется, а эти добавки пополняются после пропускания каждые 3,0 А·ч/л электролита в количестве по 0,1 г/л и 0,4 г/л соответственно. Аммиак добавляют периодически после уменьшения pH электролита до 8,5 в количестве, обеспечивающем величину pH 9,2.

Для получения одного литра электролита в конической круглодонной колбе емкостью 1,5 л, содержащий 200 мл 4%-ого раствора соляной кислоты, растворяют 30 г хлорида пал-

ладия при нагревании. В этот раствор постепенно вливают 500 мл 10%-ого аммиака, подогревают до температуры 80°C. Вначале выпадает осадок розового цвета, который при перемешивании в течение одного часа полностью растворяется. Затем в электролит прибавляют 20 г сульфата аммония. После этого добавляют 0,5 г сахарина и 15 мл 2%-ого раствора динатриевой соли 1-карбокси-8-гептадецен-11-ил серной кислоты, растворенной в 0,1 н. растворе едкого калия. Доливают дистиллированной водой до объема 1 л и получают готовый электролит палладирования.

Электролит стабилен во времени. При хранении его в открытом виде происходит медленное понижение pH электролита, первичное значение его легко достигается введением в электролит небольшого количества аммиака. Изобретение иллюстрируется примерами, приведенными в таблице. С

Состав электролита, г/л, режим электролиза и свойства покрытий	Известный	Примеры					
		1	2	3	4	5	6
Хлористый палладий	30	30	20	20	30	30	40
Сернокислый аммоний	20	20	20	30	30	30	30
Соляная кислота (уд. вес. 1,19)	15	20	15	15	20	20	25
Гидроксид аммония	200	200	150	200	200	230	250
Сахарин	0,5	-	0,2	0,4	0,4	0,4	0,6
Динатриевая соль 1-карбокси-8-гептадецен-11-ил серной кислоты		0,3	0,2	0,2	0,3	0,4	0,4
pH электролита	9,2	9,0	8,5	9,0	9,0	9,3	9,5
Плотность тока, А/дм <sup>2</sup>	1,5	1,5	0,5	1,0	1,5	1,5	2,0
Температура, °С	18-25	18-25	18-25	18-25	28-25	18-25	18-25
Выход по току, %	98	98,5	98,5	98,7	98,4	98,5	98
Скорость осаждения, мкм/ч	25	25	8	16	25	25	32
Отражательная способность, %	18	50	55	До 60	До 65	До 64	58
Максимальная толщина покрытия до появления микротрещин, мкм	15-20	30	55	60	60	60	60
Пористость, %	0,05	0,03	0,01	0,01	0,02	0,01	0,015
Твердость, кг/мм <sup>2</sup>	330	340	330	340	340	340	340
Рассеивающая способность электролита по Хитлею, %	75	75	72	75	76	77	80

Как видно из таблицы, присутствие в электролите только одной органической добавки (сахарина или  $C_{16}H_{32}Na_2O_6S$ ) не дает максимального увеличения параметров палладиевых покрытий. Только при совместном присутствии обеих добавок параметры покрытий достигают экстремальных значений, а именно: можно осаждать в три раза более толстослойные покрытия, степень блеска повышается более, чем в три раза, а пористость уменьшается в пять раз по сравнению с покрытиями, получаемыми из известных электролитов. Покрытия имеют прочное сцепление с металлом основы (медь, серебро) - при многократном изгибе до излома они не отслаиваются.

Покрытия, получаемые в предлагаемом электролите, могут найти широкое применение в радиоэлектронной и приборостроительной отраслях промышленности для электрических контактов, а также для защиты рефлекторов и зеркал от коррозии.

Ввиду того, что палладиевые покрытия в предлагаемом электролите получаются значительно менее пористыми, повышается их защитная способность, и, тем самым, можно в несколько раз увеличить срок службы электрических

контактов или других деталей, покрытых палладием.

#### Формула изобретения

Электролит палладирования, содержащий хлористый палладий, сернокислый аммоний, соляную кислоту, гидроксид аммония и сахарин, отличающийся тем, что, с целью повышения качества покрытия, он дополнительно содержит динатриевую соль 1-карбокси-8-гептадецен-11-ил серной кислоты при следующем соотношении компонентов, г/л:

Хлористый палладий	20-40
Сернокислый аммоний	20-30
Соляная кислота	15-25
Гидроксид аммония	150-250
Сахарин	0,2-0,6
Динатриевая соль 1-карбокси-8-гептадецен-11-ил серной кислоты	0,2-0,4

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе

1. Патент США №3150065, кл. 204-47, 1964.
2. Патент США №4076599, кл. 204-47, 1978.
3. Авторское свидетельство СССР № 224243, кл. С 25 D 3/56, 1967.

Редактор В. Лазаренко

Составитель В. Бобак

Техред Т. Маточка

Корректор Н. Швыдкая

Заказ 7156/45

Тираж 704

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