

Invenția se referă la acoperirile chimice, în special la o acoperire cu conținut de bor.

Este cunoscut un procedeu de obținere a acoperirilor chimice cu conținut de bor din soluții care conțin săruri ale metalelor, agenți de complexare, reagenți reducători și stabilizatori, care sunt dizolvați în apă deionizată [1].

Dezavantajul acestui procedeu constă în volumul mare de lucru, consumul important de reagenți și energie necesare pentru deionizarea apei.

Cea mai apropiată soluție este procedeu de obținere a acoperirilor chimice cu conținut de bor, care include dizolvarea în apă deionizată cu electroconductibilitatea $\leq 50 \mu\text{S/cm}$ a sărurilor de nichel, a agentului de complexare – citrat de sodiu, a reducătorului – borohidru de sodiu și stabilizatorului - săruri sau oxizi de taliiu, la un pH fix, urmată de încălzirea soluției obținute. Depunerea acoperirii are loc la $\text{pH}=10\dots12$ și $t=80\dots85^\circ\text{C}$ [2].

Dezavantajul acestui procedeu constă în tehnologia complexă de pregătire a soluțiilor, iar utilizarea apei deionizate nu influențează asupra parametrilor procesului de depunere și asupra proprietăților acoperirilor obținute.

Problema pe care o rezolvă invenția propusă constă în simplificarea procesului de pregătire a soluțiilor, majorarea vitezei de depunere a acoperirilor, micșorarea temperaturilor de lucru și îmbunătățirea caracteristicilor fizico-mecanice ale acoperirilor.

Procedeu de obținere a acoperirii chimice cu conținut de bor include dizolvarea în apă a agentului de complexare, activarea electrochimică a soluției obținute în spațiul catodic al electrolizorului cu diafragmă, la un pH 9,5...11,0, dizolvarea în soluția activată a sărurilor de electroliți, a agentului reducător cu conținut de bor, a stabilizatorului, încălzirea soluției de electrolit și depunerea acoperirii la temperatura de 60...70°C. În calitate de agent de complexare poate fi utilizat citrat de sodiu, de agent reducător - dimetilaminoboran, de electrolit - clorură de nichel și/sau clorură de cobalt, iar în calitate de stabilizator nitrat de taliiu(I), în următorul raport al componentelor, în g/l:

clorură de nichel	10,0...15,0
clorură de cobalt	10,0...20,0
citrat de sodiu	20,0...25,0
dimetilaminoboran	1,0...4,0
nitrat de taliiu(I)	0,001...0,005.

Rezultatul invenției constă în simplificarea procesului de pregătire a soluțiilor prin activarea electrochimică a soluției apoase a agentului de complexare, în spațiul catodic al electrolizorului cu diafragmă, asigurându-se o activitate înaltă a apei datorită formării radicalilor activi intermediari de H^\cdot și OH^\cdot ($\text{H}^\cdot + \text{e} \rightarrow \text{H}^\cdot$; $\text{H}^\cdot + \text{H}^\cdot \rightarrow \text{H}_2$; $\text{H}^\cdot + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{O}^\cdot\text{H} + \text{H}_2$), creșterea pH-ului soluției până la 10...12 datorită electrolizei apei ($2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e} \rightarrow \text{H}_2 + 2\text{OH}^\cdot$) și schimbarea concomitentă a potențialului de oxido-reducere de la 300...500 până la 700...820 mV în urma formării radicalilor activi. Aceste procese asigură catalizatorul o activitate înaltă, care influențează parametrii tehnologici de depunere a acoperirilor chimice, conducând la micșorarea temperaturilor de lucru, majorarea vitezei de depunere a acoperirilor și a conținutului de bor în ele. În final toate conduc la sporirea durității și a fiabilității depunerii, îmbunătățirea adeziunii contactelor în microscheme și alte elemente ale aparatului de radio.

Concomitent are loc degazarea apei prin eliminarea oxigenului dizolvat, ceea ce majorează stabilitatea, preîntâmpină autodistrugerea și majorează coeficientul de regenerare a dimetilaminoboranului. Prelucrarea catodică în electrolizorul cu diafragmă îmbunătățește caracteristicile structurale ale agentului de complexare, care influențează asupra proceselor de regenerare a metalelor din soluțiile activate.

Soluțiile de lucru se pregătesc înainte de depunerea chimică a acoperirilor cu conținut de bor, deoarece apa activată electrochimic își păstrează proprietățile un interval de timp scurt.

Activarea electrochimică a agentului de complexare pentru pregătirea soluțiilor poate avea loc în electrolizoare de diverse tipuri, în special de tipul СЕЭЛ, "Изумруд" ș. a. Procesul de electroliză are loc la o densitate catodică a curentului de 1...3 A/dm² și un pH reglabil. În soluția activată astfel se dizolvă pe rând sărurile metalelor, reducătorul și stabilizatorul, apoi soluția obținută se încălzește până la temperatura fixată și se efectuează depunerea. Mecanismul de regenerare chimică a metalelor are un caracter autocatalitic, deoarece fiecare strat catalizează procesul de regenerare ulterioară a metalelor și depunerea lor până la epuizarea completă a soluțiilor utilizate. Procesul de depunere poate fi periodic sau continuu, pe parcurs efectuându-se corecția soluției de lucru.

Straturile obținute reprezintă niște nanostructuri, în care la temperatura de 150...250°C borul difundează spre suprafața stratului și parțial se oxidează, formând o peliculă subțire de oxid, care asigură o capacitate mai mare de întindere a cositorului pentru lipit. Caracteristicile fizico-mecanice ale straturilor obținute pot fi îmbunătățite prin prelucrarea termică la temperatura de 310...380°C, la care au loc transformări fazo-disperse cu formarea fazelor de tipul Ni₂B. Aceasta conferă straturilor duritate și fiabilitate, ce se majorează odată cu creșterea conținutului de bor în straturi.

Exemplu de realizare

Soluția apoasă a citratului de sodiu cu concentrația de 12,5 g/l a fost prelucrată în spațiul catodic al electrolizorului cu diafragmă până la pH=10,3, dizolvându-se în ea pe rând celelalte componente, în următorul raport, în g/l:

clorură de nichel	12,5
clorură de cobalt	15,0
citrat de sodiu	22,5
dimetilaminoboran	2,5
nitrat de taliiu(I)	0,003,

cu încălzirea soluției până la $t=65^\circ\text{C}$, urmată de depunere. A fost determinată viteza de depunere a acoperirii, conținutul borului în ea, precum și caracteristicile fizico-mecanice: capacitatea de întindere a aliajului de lipit ПОО-61 după

prelucrarea termică a straturilor la $t=200^{\circ}\text{C}$, duritatea după prelucrarea termică la $t=320^{\circ}\text{C}$. Pentru comparație au fost efectuate experimente conform celei mai apropiate soluții. Rezultatele experimentelor sunt prezentate în tabel.

Tabel

nr. d/o	Caracteristicile proceselor	Valori	
		Conform invenției	Conform celei mai apropiate soluții
1.	Temperatura optimă, $^{\circ}\text{C}$	65	80...85
2.	Viteza de depunere a stratului, $\mu\text{m/oră}$	21	16
3.	Cantitatea de bor, at %	5,3	4,8
4.	Capacitatea de întindere a aliajului de lipit, mm^2	65	52
5.	Duritatea stratului, kg/mm^2	1650	1480

Ținând cont de datele din tabel conchidem că utilizarea soluției apoase a agentului de complexare activată electrochimic în spațiul catodic al electrolizorului cu diafragmă la pregătirea soluțiilor de lucru pentru depunerea acoperirilor ce conțin bor contribuie la micșorarea temperaturilor de lucru cu 15...20 $^{\circ}\text{C}$, la majorarea vitezei de depunere de 1,2...1,3 ori și a cantității de bor de 1,1 ori, ceea ce asigură majorarea adeziunii și a durității de 1,1...1,2 ori.