



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0031048

(51)⁸ C23C 18/44

(13) B

(21) 1-2017-04827

(22) 20/05/2015

(86) PCT/JP2015/064427 20/05/2015

(87) WO 2016/174780 A1 03/11/2016

(30) 2015-092629 30/04/2015 JP

(45) 25/02/2022 407

(43) 26/02/2018 359A

(73) JAPAN PURE CHEMICAL CO.,LTD. (JP)

10-18, Kitamachi 3-chome, Nerima-ku, Tokyo 1790081 Japan

(72) KIYOHARA Yoshizo (JP); SHIBATA Kazuya (JP); HARASHIMA Hiroshi (JP);
NAKAGAWA Yusuke (JP); OKUBO Yuya (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) DUNG DỊCH MẠ VÀNG KHÔNG DÙNG ĐIỆN, DUNG DỊCH CẤP CHỨA
ALDEHYT-AMIN VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT MÀNG PHỦ VÀNG SỬ
DỤNG CÁC DUNG DỊCH NÀY

(57) Sáng chế đề xuất dung dịch mạ vàng không dùng điện có thể được sử dụng ổn định mà không làm giảm tốc độ mạ gây ra do sự tích tụ sản phẩm phản ứng phụ thậm chí trong trường hợp thời gian chờ gia nhiệt của dung dịch mạ vàng không dùng điện là dài, và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin. Sáng chế đạt được mục đích này bằng dung dịch mạ vàng không dùng điện chứa muối vàng xyanua (a), tác nhân tạo phức (b), hợp chất aldehyt (c), và hợp chất amin (d) được thể hiện bởi công thức chung (1) dưới đây, và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin chứa hợp chất aldehyt (c') và hợp chất amin (d') được thể hiện bởi công thức chung (1) dưới đây.

R^1-NH-R^2 (1)

Trong công thức chung (1), mỗi R^1 và R^2 là nhóm cho điện tử, và nếu m là số nguyên tử cacbon (C) trong phân tử và n là số nhóm amino bậc hai (-NH-) trong phân tử, m và n thỏa mãn $2 \leq m \leq 12$ và $n = 1$.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến dung dịch mạ vàng không dùng điện và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin để cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin làm thành phần chất khử hóa vào dung dịch mạ vàng không dùng điện, cụ thể hơn là đề cập đến dung dịch mạ vàng không dùng điện và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin có thể được sử dụng ổn định mà không làm giảm tốc độ mạ thậm chí sau thời gian dài sử dụng.

Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất màng phủ vàng để tạo ra màng phủ vàng sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin, và màng phủ vàng được sản xuất bằng phương pháp này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Khi xử lý bề mặt sau cùng của bộ phận điện tử, kỹ thuật mạ vàng thường được sử dụng do đặc tính chống ăn mòn cao, các đặc trưng điện, và độ an toàn lắp ráp của nó.

Thông thường, kỹ thuật mạ điện phân thường xuyên được sử dụng để mạ mỗi hàn dây của bảng mạch in làm bộ phận điện tử hoặc mỗi hàn. Tuy nhiên, với việc thu nhỏ thiết bị và mật độ dây cao hơn trong thời gian gần đây, khó có thể đảm bảo được phần dây để mạ điện phân trong cùng bảng mạch điện, và cần thiết phải sử dụng kỹ thuật mạ không dùng điện không đòi hỏi việc đi dây để mạ điện phân.

Các phương pháp mạ không dùng điện khác nhau đã được tiến hành, phụ thuộc vào mục đích sử dụng của bộ phận điện tử và phương pháp lắp ráp. Trong các ứng dụng đòi hỏi độ an toàn cao của mỗi hàn không chì và mỗi hàn dây, kỹ

thuật mạ niken/paladi/vàng không dùng điện (ENEPIG: niken không dùng điện/paladi không dùng điện/nhúng vàng) đã được công nghiệp hóa và đã dần trở nên phổ biến. Trong quy trình này, nhờ tiến hành mạ paladi làm lớp cản khuếch tán của kim loại nền trong phương pháp mạ niken/vàng không dùng điện thông thường (ENIG: nhúng vàng/niken không dùng điện), thậm chí khi lịch sử nhiệt cao hơn lịch sử nhiệt thông thường được sử dụng, sự khuếch tán và oxy hóa của đồng và niken làm nền có thể được ngăn ngừa một cách hiệu quả. Ngoài ra, kỹ thuật mạ niken không dùng điện/mạ vàng thay thế/mạ vàng khử hóa (ENEAG: niken không dùng điện/vàng tự xúc tác không dùng điện) đã được sử dụng rộng rãi theo cách thông thường cho các ứng dụng hàn dây, và cần thiết làm tăng độ dày của màng vàng từ 0,3 đến 0,4 μm bằng dung dịch mạ vàng khử. Tuy nhiên, có thể làm giảm độ dày của màng vàng tới khoảng 0,10 đến 0,20 μm do kỹ thuật ENEPIG.

Hơn thế nữa, trong trường hợp nếu dây/khoảng giãn cách dây ở mức μm đơn trong tương lai do sự tăng hơn nữa về mật độ của bộ phận điện tử, rủi ro do đoạn mạch giữa các dây có ảnh hưởng có hại đến độ an toàn cách điện ở độ dày từ 3 đến 6 μm mà là độ dày màng thông thường của niken không điện. Do đó, phương pháp mạ vàng không dùng điện trực tiếp (DIG: nhúng vàng trực tiếp) để tiến hành mạ vàng trực tiếp trên đồng có thể là quy trình quan trọng.

Ngoài ra, đặc trưng tần số cao là được yêu cầu đối với môđun RF thường được sử dụng cho bộ phận liên lạc gần đây. Trong bộ phận điện tử sử dụng dòng điện tần số cao, như bộ phận liên lạc, xu hướng của dòng chỉ đi qua trên bề mặt mà không đạt đến bên trong của dây dẫn (tác dụng bề mặt) là mạnh. Màng phủ niken không dùng điện có tính cách điện cao, và do đó đã biết rằng màng phủ niken không dùng điện làm giảm đặc tính tần số cao do cả tính cách điện cao và tác dụng bề mặt. Quy trình được gọi là Ni-ENEPIG mỏng thu được nhờ cải thiện đặc trưng tần số cao bằng cách làm giảm độ dày của màng phủ niken không dùng

điện đến khoảng 0,1 μm một phần đã được công nghiệp hóa. Trong tương lai, bằng cách sử dụng phương pháp mạ paladi/vàng trực tiếp không dùng điện (DEPIG: paladi không dùng điện/ nhúng vàng) mà không có lớp mạ niken không dùng điện hoặc mạ bạc/vàng trực tiếp không dùng điện (DISIG: nhúng bạc/nhúng vàng trực tiếp) mà chi phí rẻ hơn, sự cải thiện về đặc trưng tần số cao có thể được mong đợi. Do đó, dung dịch mạ vàng không dùng điện mà có thể làm tăng độ dày bằng một dung dịch trên đồng, paladi, hoặc bạc, mà là nền quý hơn niken trở nên cần thiết.

Để làm dung dịch mạ paladi được sử dụng trong quy trình ENEPIG, dung dịch mạ Pd-P sử dụng hợp chất axit hypophosphorơ hoặc hợp chất axit phosphorơ làm chất khử, mà gây ra phản ứng dạng eutectic để tạo ra màng phủ chứa phospho (P), và dung dịch mạ Pd tinh khiết sử dụng axit formic, aldehyt, axit hữu cơ, hoặc các chất tương tự làm chất khử được sử dụng. Màng phủ mạ Pd-P là có lợi cho các ứng dụng hàn, và màng phủ Pd tinh khiết là có lợi cho các ứng dụng hàn dây. Tuy nhiên, trong cả hai dung dịch mạ paladi này, bằng cách lựa chọn độ dày màng tối ưu, đặc tính được yêu cầu có thể thu được một cách đầy đủ.

Dung dịch mạ vàng được sử dụng trong quy trình ENEPIG cần để tạo ra màng vàng ở khoảng 0,05 μm trên màng phủ mạ paladi trong các ứng dụng hàn. Ngoài ra, trong các ứng dụng hàn dây, cần thiết tạo ra màng vàng có độ dày 0,10 μm hoặc lớn hơn trên màng phủ mạ paladi. Tuy nhiên, màng phủ mạ vàng được tạo ra theo cách thông thường bằng cách mạ vàng thay thế.

Trong phương pháp mạ vàng thay thế, ion vàng tiếp nhận điện tích giải phóng do phản ứng phân ly của kim loại nền, và khử và kết tủa điện tích.

Trong trường hợp phương pháp mạ vàng thay thế, sự phân ly của kim loại nền là có thể bỏ qua. Do đó, sự ăn mòn quá mức của kim loại nền có thể diễn ra trong quá trình phản ứng mạ, và bề bên ngoài của màng phủ mạ vàng có thể kém hoặc đặc tính hàn có thể bị ảnh hưởng theo cách bất lợi.

Khi nền được bao phủ bởi vàng, phản ứng khó diễn ra. Do đó, có hạn chế, ví dụ, không thể tạo ra độ dày lớp mạ vàng đủ dày. Do đó, trong lĩnh vực kỹ thuật này, phương pháp mạ vàng khử được tiến hành sau phương pháp mạ vàng thay thế, và phương pháp mạ vàng được thực hiện trong hai giai đoạn.

Để làm mỗi hàn trong bảng mạch in, mỗi hàn độc lập không dẫn điện với các mối khác và mỗi hàn liên kết dẫn điện với các mối hàn khác được đề lẫn với nhau. Khi được nhúng trong dung dịch mạ vàng thay thế, mỗi hàn độc lập và mỗi hàn liên kết có thể nhúng khác nhau. Do đó, sự khác nhau về độ dày màng mạ vàng dễ dàng được tạo ra.

Hơn thế nữa, độ chênh lệch thế giữa kim loại nền và vàng được sử dụng làm lực dẫn động cho sự phân ly. Do đó, phản ứng phân ly khó xảy ra trong lớp mạ vàng thay thế trên kim loại nền như paladi hoặc đồng không có độ chênh lệch thế lớn so với vàng, và tính không đồng đều về độ dày màng mạ vàng là đáng kể hơn.

Để giải quyết các vấn đề này, dung dịch mạ vàng không dùng điện loại thay thế-khử gây ra cả phản ứng thế và phản ứng khử với dung dịch mạ giống nhau đã được phát triển. Các tài liệu sáng chế 1 đến 4 mô tả dung dịch mạ vàng không dùng điện chứa sản phẩm cộng formaldehyt bisulfit hoặc hợp chất aldehyt và hợp chất amin có cấu trúc đặc trưng, phương pháp duy trì và kiểm soát dung dịch mạ vàng không dùng điện, và phương pháp mạ vàng và bộ phận điện tử sử dụng dung dịch mạ vàng.

Dung dịch mạ vàng không dùng điện chứa sản phẩm cộng formaldehyt bisulfit và hợp chất amin có cấu trúc đặc trưng, được mô tả trong tài liệu sáng chế 1 có thể làm tăng độ dày màng trong khi kìm hãm sự ăn mòn của niken trong trường hợp quy trình ENIG sử dụng niken làm nền. Tuy nhiên, trong trường hợp quy trình ENEPIG sử dụng paladi quý hơn niken làm nền, khó để tạo ra màng dày có độ dày bằng 0,1 μm hoặc lớn hơn do tốc độ mạ vàng chậm theo cách không có

lợi.

Trong khi đó, trong dung dịch mạ vàng không dùng điện chứa hợp chất aldehyt và hợp chất amin có cấu trúc đặc trưng, được mô tả trong tài liệu sáng chế 2, có thể làm tăng độ dày màng của lớp mạ vàng thậm chí bằng quy trình ENEPIG sử dụng paladi làm nền. Tuy nhiên, vàng bị kết tủa sau khi dung dịch mạ vàng không dùng điện được lưu lại trong điều kiện gia nhiệt trong một vài giờ, và bị phân hủy do độ ổn định kém của dung dịch. Vấn đề này cũng giống như dung dịch mạ vàng không dùng điện của tài liệu sáng chế 1.

Điều này là vì ba thành phần gồm kiềm xyanua, hợp chất amin, và sản phẩm cộng formaldehyt bisulfit hoặc hợp chất aldehyt (mà tồn tại đồng thời và hoạt động như thành phần chất khử hóa) làm tác nhân tạo phức cho vàng phản ứng với thành phần còn lại, và tác nhân tạo phức cho vàng dần dần biến mất bên trong dung dịch mạ. Tài liệu sáng chế 3 mô tả phương pháp có thể duy trì dung dịch mạ vàng không dùng điện mà không phân hủy dung dịch mạ vàng không dùng điện bằng cách cấp liên tục ba thành phần này trong khi dung dịch mạ được gia nhiệt.

Nhân tiện, đối với độ bền của dung dịch mạ vàng không dùng điện, có giá trị đo về mức độ thay thế (MTO) thể hiện bao nhiêu lần lượng vàng tại thời điểm tạo ra dung dịch mạ có thể được kết tủa ổn định khi xem xét đến lượng vàng tiêu thụ, và giá trị đo về thời gian gia nhiệt tổng của dung dịch mạ, thể hiện thời gian để kết tủa ổn định.

MTO là giá trị đo chủ yếu được dùng làm chỉ thị cho dung dịch trong khi thành phần mà lượng của nó giảm cùng với việc tiêu thụ vàng mà không bổ sung thành phần cấp trong khi dung dịch mạ được gia nhiệt. MTO thường được sử dụng làm chỉ thị cho dung dịch mạ vàng không dùng điện mà dung dịch cấp không được bổ sung trong khi gia nhiệt.

Thời gian gia nhiệt tổng là giá trị đo quan trọng đối với dung dịch mạ

vàng không dùng điện mà dung dịch cấp được bổ sung không chỉ khi vàng được tiêu thụ mà còn trong khi dung dịch mạ chờ gia nhiệt. Lượng tích tụ của sản phẩm phân hủy cũng tăng do sự bổ sung ổn định thành phần cấp, và do đó việc xác định thời gian tồn tại là không rõ ràng khi chỉ dựa vào MTO. Đó là, ví dụ, thậm chí trong cùng thời gian gia nhiệt tổng, trong trường hợp nếu dòng sản phẩm thường xuất hiện và quá trình mạ được tiến hành ổn định hoặc trong trường hợp nếu sản phẩm có độ dày màng mạ vàng lớn có mặt với lượng lớn, MTO lớn. Tuy nhiên, trong trường hợp nếu thời gian chờ gia nhiệt dài và dòng sản phẩm khó xuất hiện hoặc trong trường hợp nếu độ dày màng mạ vàng nhỏ, MTO nhỏ. Đặc biệt trong trường hợp sử dụng kỹ thuật ENEPIG làm phương án thay thế cho kỹ thuật ENEAG, độ dày màng mạ vàng là nhỏ hơn độ dày thông thường. Do đó, để đạt được MTO tương đương với dung dịch mạ vàng khử sử dụng cho ENEAG, khi thời gian gia nhiệt tổng được sử dụng làm giá trị đo, thời gian tồn tại bằng hoặc lớn hơn hai lần thời gian tồn tại thường được yêu cầu.

Tuy nhiên, theo phương pháp nêu trong tài liệu sáng chế 3, thậm chí khi dung dịch mạ vàng không dùng điện vẫn được tiếp tục trong khi gia nhiệt trong thời gian dài, dung dịch mạ vàng không dùng điện có thể được duy trì mà không gây ra sự phân hủy dung dịch mạ. Tuy nhiên, khi paladi, đồng, bạc, hoặc các nguyên tố tương tự quý hơn niken được sử dụng làm kim loại nền, đã phát hiện ra rằng tốc độ mạ vàng giảm từ từ khi thời gian gia nhiệt tổng của dung dịch mạ lâu hơn hoặc sự biến đổi về độ dày màng mạ vàng tăng theo cách bất lợi. Do đó, có nhu cầu phát triển dung dịch mạ vàng không dùng điện không làm giảm hiệu quả mạ thậm chí khi thời gian gia nhiệt tổng dài (thậm chí ở trạng thái chờ gia nhiệt trong thời gian dài).

Danh mục tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 2008-144187 A

Tài liệu sáng chế 2: JP 2008-144188 A

Tài liệu sáng chế 3: JP 2008-169425 A

Tài liệu sáng chế 4: JP 2008-266668 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Sáng chế được tạo ra khi xem xét tình trạng kỹ thuật nêu trên. Mục đích của sáng chế là đề xuất dung dịch mạ vàng không dùng điện mà có thể được sử dụng ổn định mà không làm giảm tốc độ mạ gây ra do sự tích tụ sản phẩm phản ứng phụ thậm chí khi thời gian chờ gia nhiệt của dung dịch mạ vàng không dùng điện là dài, dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin để cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin làm thành phần chất khử hóa vào dung dịch mạ vàng không dùng điện, phương pháp sản xuất màng phủ vàng sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin, và màng phủ vàng được sản xuất bởi phương pháp sản xuất màng phủ vàng này.

Cụ thể, mục đích của sáng chế là đề xuất dung dịch mạ vàng không dùng điện có độ ổn định tốt, trong đó tốc độ mạ không giảm trong thời gian dài thậm chí khi mạ vàng trên kim loại nền là đồng, paladi, bạc, vàng, hoặc hợp kim của nó có thể quý hơn niken, và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin.

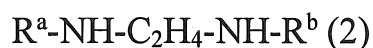
Cách thức giải quyết vấn đề

Là kết quả của các nghiên cứu sâu rộng về nguyên nhân của các vấn đề trên đây xảy ra trong quy trình mạ sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện thông thường như được mô tả trong tài liệu sáng chế 3, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng tốc độ mạ vàng giảm và sự thay đổi về độ dày màng sinh ra do sự tích tụ sản phẩm phản ứng của thành phần cấp được tạo ra do sự tích tụ của sản phẩm phản ứng của thành phần cấp được bổ sung trong khi lưu lại trong quá trình gia nhiệt.

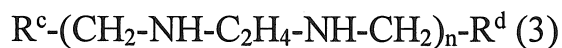
Trong mỗi tác nhân khử hóa của các dung dịch mạ vàng không dùng điện

được mô tả trong các tài liệu sáng chế 1 đến 4, formaldehyt được giải phóng trong dung dịch mại từ sản phẩm cộng formaldehyt bisulfit làm chất cho formaldehyt hoặc formaldehyt được bổ sung ở dạng formalin tạo ra phức chất với hợp chất amin có cấu trúc đặc trưng, và có tác dụng như thành phần chất khử hóa.

Như được mô tả trong các công thức (2) và (3) dưới đây, mỗi hợp chất amin được mô tả trong các tài liệu sáng chế 1 đến 4 này có hai hoặc nhiều gốc amin bậc hai (-NH-) có hai nhóm hydrocacbon được thay thế bằng nguyên tử nito trong phân tử.



[Trong công thức (2), mỗi R^a và R^b là $\text{-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$, $\text{-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$, hoặc các nhóm tương tự.]



[Trong công thức (3), mỗi R^c và R^d là $\text{-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$, $\text{-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$, hoặc các nhóm tương tự.]

Ngoài ra, mỗi một hợp chất amin này có các cấu trúc đặc trưng có các nhóm cho điện tử (ví dụ, nhóm $\text{-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$ hoặc nhóm $\text{-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$) trên cả hai phía của gốc amin bậc hai (-NH-), và do đó có mật độ điện tích cao trên nhóm amino bậc hai (gốc amin bậc hai) và có tính ái nhân. Trong khi đó, formaldehyt được phân cực hóa điện tích dương lớn trên nguyên tử cacbon do nhóm carbonyl và có đặc tính ái điện tử.

Do đó, các tác giả sáng chế cho rằng gốc amin bậc hai của hợp chất amin gây ra phản ứng cộng ái nhân trên nguyên tử cacbon của formaldehyt, và nhờ đó tạo ra sản phẩm cộng amin-aldehyt.

Tuy nhiên, gốc amin bậc hai hoạt động như một vị trí hoạt động của phản ứng hóa học. Do đó, phản ứng phụ không mong muốn dễ dàng xảy ra khi số nhóm amino bậc hai trong phân tử lớn. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra các vấn đề dưới đây. Đó là, sau khi sản phẩm cộng amin-aldehyt được tạo ra, phức chất amin-

xyanohydrin được tạo ra bởi phản ứng cộng ái nhân của ion xyanua làm tác nhân tạo phức cho vàng với nguyên tử cacbon của sản phẩm cộng amin-aldehyt và sản phẩm phản ứng phụ khác được tích tụ, và ức chế phản ứng oxy hoá trên kim loại nền của sản phẩm cộng amin-aldehyt. Kết quả là, mất sự cân bằng thế-khử, và tốc độ mạ vàng giảm dần hoặc sự biến đổi về độ dày màng được tạo ra.

Là kết quả của các nghiên cứu sâu rộng để giải quyết các vấn đề trên đây, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng dung dịch mạ vàng không dùng điện chứa hợp chất aldehyt và hợp chất amin có cấu trúc đặc trưng (hợp chất amin có chỉ một nhóm amino bậc hai trong phân tử) hầu như không làm giảm tốc độ mạ và có độ ổn định tốt. Hơn thế nữa, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, nhờ việc cấp tách biệt dung dịch cấp tác nhân tạo phức và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin chứa hợp chất aldehyt và hợp chất amin có cấu trúc đặc trưng (hợp chất amin có chỉ một nhóm amino bậc hai trong phân tử) theo cách liên tục vào dung dịch mạ vàng không dùng điện, có thể tạo ra màng phủ mạ vàng tốt mà không làm giảm tốc độ mạ vàng thậm chí khi thời gian chờ gia nhiệt của dung dịch mạ là dài, và đã hoàn thành sáng chế.

Đó là, sáng chế đề xuất dung dịch mạ vàng không dùng điện khác biệt ở chỗ chứa muối vàng xyanua (a), tác nhân tạo phức (b), hợp chất aldehyt (c), và hợp chất amin (d) được thể hiện bởi công thức chung (1) dưới đây.



[Trong công thức chung (1), mỗi R^1 và R^2 là nhóm cho điện tử, và nếu m là số nguyên tử cacbon (C) trong phân tử và n là số nhóm amino bậc hai (-NH-) trong phân tử, m và n thỏa mãn $2 \leq m \leq 12$ và $n = 1$.]

Ngoài ra, sáng chế đề xuất dung dịch mạ vàng không dùng điện trên đây trong đó tác nhân tạo phức (b) được tạo ra từ một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm natri xyanua, kali xyanua, amoni xyanua, natri thioxyanat, kali thioxyanat, amoni thioxyanat, natri xyanat, kali xyanat, và amoni xyanat.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin cần được bổ sung khi dung dịch mạ vàng không dùng điện trên đây được duy trì trong điều kiện gia nhiệt, khác biệt ở chỗ chứa hợp chất aldehyt (c') và hợp chất amin (d') có công thức chung (1) trên đây.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất màng phủ vàng để tạo ra màng phủ vàng trên kim loại là đồng, hợp kim đồng, niken, hợp kim niken, paladi, hợp kim paladi, bạc, hợp kim bạc, vàng, hoặc hợp kim vàng sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện trên đây, khác biệt ở chỗ tạo ra màng phủ vàng trong khi dung dịch cấp tác nhân tạo phức chứa tác nhân tạo phức trên đây và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin trên đây được cấp riêng biệt.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất màng phủ vàng, khác biệt ở chỗ được sản xuất bởi phương pháp sản xuất màng phủ vàng trên đây.

Hiệu quả đạt được bởi sáng chế

Theo sáng chế, màng phủ mạ vàng có thể được tạo ra một cách ổn định ngay cả khi thời gian chờ gia nhiệt của dung dịch mạ là dài mà không làm giảm tốc độ mạ gây ra do sự tích tụ “sản phẩm phân hủy của dung dịch cấp” như “sản phẩm phản ứng phụ được tạo ra bởi phản ứng phụ giữa ion xyanua làm tác nhân tạo phức trong dung dịch mạ vàng không dùng điện và sản phẩm cộng amin-aldehyt làm chất khử”.

Ngoài ra, thời gian tồn tại của dung dịch mạ vàng không dùng điện có thể được kéo dài, và do đó tần suất thay mới dung dịch mạ vàng giảm và năng suất được cải thiện.

Cụ thể, khi lớp mạ vàng được phủ lên trên kim loại nền mà là đồng, paladi, bạc, vàng, hoặc hợp kim của nó mà quý hơn niken, phương pháp thông thường làm giảm tốc độ mạ hoặc tạo ra dung dịch mạ không ổn định theo cách bất lợi. Tuy nhiên, theo sáng chế, thậm chí khi lớp mạ vàng không dùng điện được phủ lên trên các kim loại này, tốc độ mạ vàng tốt và độ ổn định của dung dịch mạ có

thể được duy trì trong khoảng thời gian dài.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả. Tuy nhiên, sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án cụ thể dưới đây, mà còn được biến đổi và thực hiện theo cách bất kỳ nằm trong phạm vi ý tưởng kỹ thuật.

[Dung dịch mạ vàng không dùng điện]

Dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế về cơ bản chứa ít nhất một muối vàng xyanua (a), tác nhân tạo phức (b), hợp chất aldehyt (c), và hợp chất amin (d) được thể hiện bởi công thức chung (1) dưới đây.



[Trong công thức chung (1), mỗi R^1 và R^2 là nhóm cho điện tử, và nếu m là số nguyên tử cacbon (C) trong phân tử và n là số nhóm amino bậc hai (-NH-) trong phân tử, m và n thỏa mãn $2 \leq m \leq 12$ và $n = 1$.]

Ngoài các thành phần thiết yếu trên đây, dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế có thể chứa chất đệm pH, chất che ion kim loại, chất điều biến tinh thể, chất hoạt động bề mặt, chất ổn định, và các chất tương tự, nếu cần thiết.

<Muối vàng xyanua (a)>

Các ví dụ về muối vàng xyanua (a) được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế bao gồm vàng kali xyanua, vàng natri xyanua, vàng amoni xyanua, vàng xyanua, kali tetraxynoaurat, natri tetraxynoaurat, amoni tetraxynoaurat, và auric xyanua. Tuy nhiên, vàng kali xyanua và vàng natri xyanua là đặc biệt được ưu tiên. Các muối này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Nồng độ của muối vàng xyanua (a) là không bị giới hạn một cách cụ thể, nhưng tốt hơn là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 10 g/L hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 0,1 g/L hoặc lớn hơn và 5 g/L hoặc nhỏ hơn về lượng vàng so với tổng lượng của dung dịch mạ vàng không dùng điện.

Nồng độ quá cao của muối vàng xyanua (a) là không có lợi về mặt kinh tế và có thể tạo ra dung dịch mạ không ổn định. Trong khi đó, nồng độ quá thấp của muối vàng xyanua (a) có thể khiến cho không thể thu được tốc độ mạ phù hợp.

<Tác nhân tạo phức (b)>

Theo sáng chế, “tác nhân tạo phức (b)” có nghĩa là hợp chất để làm ổn định độ hòa tan của vàng trong dung dịch mạ vàng.

Dung dịch mạ vàng không dùng điện chứa lượng nhất định của tác nhân tạo phức (b) ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ. Tuy nhiên, như được mô tả trên đây, lượng của tác nhân tạo phức (b) giảm dần cùng với phản ứng phụ với tác nhân khử. Do đó, trong trường hợp tiến hành bước xử lý trong thời gian dài, cần phải cấp tác nhân tạo phức theo cách riêng biệt vào dung dịch mạ vàng không dùng điện để duy trì độ hoà tan ổn định của vàng.

Các ví dụ về tác nhân tạo phức (b) được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế bao gồm hợp chất xyanua như natri xyanua, kali xyanua, hoặc amoni xyanua; hợp chất thioxyanat như natri thioxyanat, kali thioxyanat, hoặc amoni thioxyanat; và hợp chất xyanat như natri xyanat, kali xyanat, hoặc amoni xyanat. Các hợp chất này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Cụ thể, kali xyanua và natri xyanua là được ưu tiên, và cũng có thể được sử dụng kết hợp với hợp chất thioxyanat hoặc hợp chất xyanat.

Nồng độ của tác nhân tạo phức (b) ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ hoặc ngay sau khi cấp tác nhân tạo phức (b) là không bị giới hạn một cách cụ thể. Tuy nhiên, nồng độ của hợp chất xyanua tốt hơn là 0,0001 g/L hoặc lớn hơn và 10 g/L hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 0,001 g/L hoặc lớn hơn và 2 g/L hoặc nhỏ hơn. Nồng độ của hợp chất thioxyanat tốt hơn là 0,001 g/L hoặc lớn hơn và 10 g/L hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 1 g/L hoặc nhỏ

hơn. Nồng độ của hợp chất xyanat tốt hơn là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 100 g/L hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 1 g/L hoặc lớn hơn và 50 g/L hoặc nhỏ hơn. Các tác nhân tạo phức này có thể được sử dụng kết hợp.

Nồng độ quá cao của tác nhân tạo phức có thể làm giảm tốc độ kết tủa của vàng, và trở nên không kinh tế do hiệu quả làm ổn định độ hoà tan đạt đến mức cao nhất nếu tác nhân tạo phức được bổ sung ở nồng độ nhất định hoặc cao hơn. Trong khi đó, nồng độ quá thấp của tác nhân tạo phức có thể khiến cho không thể thu được hiệu quả đầy đủ về độ ổn định của vàng, và có thể làm tăng sự phân huỷ của dung dịch mạ.

<Hợp chất aldehyt (c)>

Hợp chất aldehyt (c) được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế là không bị giới hạn một cách cụ thể miễn sao là hợp chất có nhóm aldehyt trong phân tử. Các ví dụ cụ thể về hợp chất aldehyt (c) bao gồm hợp chất aldehyt no, béo như formaldehyt, axetaldehyt, hoặc propionaldehyt; hợp chất aldehyt béo, không no như acrylic aldehyt hoặc crotonaldehyt; hợp chất dialdehyt như glyoxal, malonaldehyt, succinaldehyt, hoặc glutaraldehyt; hợp chất axit aldehyt như axit formic hoặc axit glyoxylic; hợp chất đường aldoza như glyxeraldehyt, erythroza, riboza, glucoza, hoặc mannoza; và hợp chất aldehyt thơm như benzaldehyt, furfural, nitrobenzaldehyt, hydroxybenzaldehyt, hoặc vanilin. Các hợp chất này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Nồng độ của hợp chất aldehyt (c) là không bị giới hạn một cách cụ thể, nhưng tốt hơn là 0,001 g/L hoặc lớn hơn và 200 g/L hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 100 g/L hoặc nhỏ hơn.

Nồng độ quá cao của hợp chất aldehyt (c) tạo ra năng lượng khử hóa của dung dịch mạ quá cao và có thể phân huỷ dung dịch mạ. Nồng độ quá thấp của hợp chất aldehyt (c) tạo ra sự vượt trội của phản ứng thế trong cân bằng thế-khử

của dung dịch mạ, và có thể làm giảm tốc độ mạ hoặc có thể không làm tăng độ dày màng.

Để làm hợp chất aldehyt (c), việc sử dụng formaldehyt đơn lẻ hoặc sử dụng formaldehyt kết hợp với hợp chất aldehyt khác được mô tả trên đây là đặc biệt được ưu tiên.

Formaldehyt có thể được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện bằng cách bổ sung formalin mà là dung dịch nước khoảng 37% formaldehyt chứa lượng nhỏ của metanol làm chất ổn định vào dung dịch nước.

Hơn thế nữa, formaldehyt có thể được tạo ra (được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện) cũng bằng cách bổ sung hợp chất cho formaldehyt không chứa nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử vào dung dịch nước.

Formaldehyt tốt hơn là được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế bằng phương pháp như được mô tả trên đây.

Trong trường hợp này, “formalin” và/hoặc “hợp chất cho formaldehyt không chứa nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử” tốt hơn là được bổ sung sao cho nồng độ của formaldehyt được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 100 g/L hoặc nhỏ hơn.

“Hợp chất cho formaldehyt” theo sáng chế là hợp chất tạo ra formaldehyt trong dung dịch nước.

Các ví dụ cụ thể về “hợp chất cho formaldehyt không chứa nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử” tốt hơn là để thu được formaldehyt trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế bao gồm metandiol, paraformaldehyt, trioxan, hexametylentetramin, hydroxy metylglyxin, 1-hydroxymetyl-5,5-dimetylhydantoin, 1,3-bis(hydroxymetyl)-5,5-dimetylhydantoin, 1,3,5-trimethylhexahydro-1,3,5-triazin, N,N'-dinitrosopentametylentetramin, quaternium-15, bishydroxymetylure, diazolidinylure, và imidazolidinylure. Các hợp chất này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều

chất trong số chúng.

Để thu được formaldehyt trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế, đặc biệt được ưu tiên sử dụng formalin, paraformaldehyt, trioxan, hoặc hexametylentetramin từ quan điểm kinh tế, mức độ hòa tan trong nước, và tính dễ dàng trong việc xử lý. Các hợp chất này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp với hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

<Hợp chất amin (d) có công thức chung (1)>

Hợp chất amin được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế là hợp chất amin (d) được thể hiện bởi công thức chung (1) dưới đây.



[Trong công thức chung (1), mỗi R^1 và R^2 là nhóm cho điện tử, và nếu m là số nguyên tử cacbon (C) trong phân tử và n là số nhóm amino bậc hai (-NH-) trong phân tử, m và n thỏa mãn $2 \leq m \leq 12$ và $n = 1$.]

Hợp chất amin (d) có công thức chung (1) được đặc trưng bởi việc có, trong phân tử, chỉ một nhóm amino bậc hai làm điểm hoạt hóa phản ứng trong dung dịch mạ vàng không dùng điện. Do đó, dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế có thể hạn chế sự tích tụ của sản phẩm do phản ứng phụ không mong muốn (phản ứng giữa tác nhân tạo phức và sản phẩm cộng aldehyt-amin) so với các dung dịch mạ vàng không dùng điện (chứa hợp chất amin có hai hoặc nhiều nhóm amino bậc hai trong phân tử) được bộc lộ trong các tài liệu sáng chế 1 đến 4, và có thể được sử dụng một cách ổn định mà không làm giảm tốc độ mạ vàng thậm chí khi thời gian chờ gia nhiệt là dài.

Hợp chất amin (d) có công thức chung (1) có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Dưới đây, các ví dụ cụ thể về hợp chất amin (d) có công thức chung (1) sẽ được đưa ra.

<< R^1 và R^2 trong công thức chung (1)>>

Mỗi R^1 và R^2 là nhóm làm tăng mật độ điện tích trên nguyên tử nitơ của nhóm amino bậc hai trong phân tử của hợp chất amin có công thức chung (1), đó là, nhóm cho điện tử. R^1 và R^2 có thể giống hoặc khác nhau.

Ví dụ cụ thể được ưu tiên về mỗi R^1 và R^2 là nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm alkyl, nhóm hydroxyalkyl, nhóm aminoalkyl, và nhóm alkoxyalkyl.

Mỗi R^1 và R^2 có thể là mạch thẳng hoặc có thể có mạch nhánh.

Tổng số nguyên tử cacbon của R^1 và R^2 tốt hơn là 2 hoặc lớn hơn và 12 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 3 hoặc lớn hơn và 8 hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 4 hoặc lớn hơn và 6 hoặc nhỏ hơn.

Số nguyên tử cacbon của mỗi R^1 và R^2 tốt hơn là 1 hoặc lớn hơn và 6 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 1 hoặc lớn hơn và 4 hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 1 hoặc lớn hơn và 3 hoặc nhỏ hơn.

Khi mỗi R^1 và R^2 có mạch nhánh, số nguyên tử cacbon cũng bao gồm số nguyên tử cacbon tạo ra mạch nhánh đó.

Khi tổng số nguyên tử cacbon của R^1 và R^2 hoặc giới hạn trên của số nguyên tử cacbon của mỗi R^1 và R^2 là số trên đây hoặc nhỏ hơn, độ hòa tan trong nước là đủ.

Các ví dụ cụ thể về hợp chất amin có công thức chung (1) (đó là, các ví dụ cụ thể về R^1 và R^2) bao gồm các chất sau.

$\langle\langle R^1 = R^2 = \text{nhóm alkyl} \rangle\rangle$

Dimetylamin, N-etylmetylamin, dietylamin, N-etylpropylamin, dipropylamin, N-butyletylamin, N-metylpentylamin, N-etylisopropylamin, diisopropylamin, và N-tert-butyletylamin

$\langle\langle R^1 = \text{nhóm alkyl và } R^2 = \text{nhóm aminoalkyl} \rangle\rangle$

N-metyletylenđiamin, N-etyletylenđiamin, N-propyletylenđiamin, N-isopropyletylenđiamin, N-butyletylenđiamin, N-metyl-1,3-diaminopropan, N-

etyl-1,3-diaminopropan, N,N,N'-trimetyletylendiamin, N-propyl-1,3-propandiamin, N-butyl-1,3-propandiamin, N-isopropyl-propandiamin, N,N-dimetyl-N'-etyletylendiamin, N,N,N'-trimetyl-1,3-propandiamin, N,N-dietyl-N'-metyletylendiamin, và N,N,N'-trietyletylendiamin

<<<R¹ = nhóm alkyl và R² = nhóm hydroxyalkyl>>>

2-(metylamino) etanol, 3-(metylamino)-1-propanol, 3-metylamino-1,2-propandirol, 2-(etylamin) etanol, 2-(propylamin) etanol, 2-(isopropylamin) etanol, 1-(etylamin)-2-propanol, 3-(etylamin)-1-propanol, 3-(propylamin)-1-propanol, 2-(butylamin) etanol, 4-etylamin-1-butanol, 4-(propylamin)-1-butanol, và 4-(butylamin)-1-butanol

<<<R¹ = nhóm aminoalkyl và R² = nhóm hydroxyalkyl>>>

2-(2-aminoetylamin) etanol, 2-[(3-aminopropyl) amino] etanol, 2-[(2-aminoetyl) amino]-1-propanol, 3-[(3-aminopropyl) amino]-1-propanol, 4-[(2-aminoetyl) amino]-1-butanol, 2-[(4-aminobutyl) amino] etanol, 3-[(4-aminobutyl) amino]-1-propanol, và 4-[(3-aminopropyl) amino]-1-butanol

<<<R¹ = R² = nhóm aminoalkyl>>>

bis(2-aminoetyl) amin, N-(2-aminoetyl)-1,3-propandiamin, 3,3'-diaminodipropylamin, và N-(4-aminobutyl) butan-1,4-diamin

<<<R¹ = R² = nhóm hydroxyalkyl>>>

2-[(hydroxymetyl) amino] etanol, bis(2-hydroxyetyl) amin, 1-[(2-hydroxyetyl) amino]-2-propanol, 3-[(2-hydroxyetyl) amino]-1-propanol, diisopropanolamin, bis(3-hydroxypropyl) amin, 4-[(2-hydroxyetyl) amino]-1-butanol, và 1-[(2-hydroxyetyl) amino]-2-butanol

<<<R¹ = nhóm alkyl và R² = nhóm alkoxyalkyl>>>

N-(2-metoxetyl) metylamin, N-(2-metoxetyl) etylamin, N-(2,2-dimetoxetyl) metylamin, N-(2-metoxetyl) propylamin, N-(2-metoxetyl) isopropylamin, và N-tert-butyl-2-metoxetylamin

<<<R¹ = R² = nhóm alkoxyalkyl>>>

bis(2-metoxyletyl) amin và bis (2-etoxyetyl) amin

<<<R¹ = nhóm alkyl và R² = nhóm (amino) (hydroxy) alkyl>>>

1-(metylamino)-3-amino-2-propanol, 2-amino-1-(etylamin) etanol, và 2-amino-2-(etylamin) etanol

Trong số các hợp chất này, dipropylamin, N-butyletylamin, N-etyletylendiamin, N-butyletylendiamin, N-metyl-1,3-diaminopropan, 2-(metylamino) etanol, 3-(metylamino)-1-propanol, 3-metylamino-1,2-propandiol, 2-(etylamin) etanol, 2-(propylamin) etanol, 2-(butylamin) etanol, 2-(2-aminoetylamin) etanol, 2-[(3-aminopropyl) amino] etanol, bis(2-aminoetyl) amin, N-(2-aminoetyl)-1,3-propandiamin, 3,3'-diaminodipropylamin, bis(2-hydroxyetyl) amin, diisopropanolamin, và bis(2-metoxyletyl) amin là đặc biệt được ưu tiên.

Nồng độ của hợp chất amin (d) có công thức chung (1) là không bị giới hạn một cách cụ thể, nhưng tốt hơn là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 500 g/L hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 0,1 g/L hoặc lớn hơn và 100 g/L hoặc nhỏ hơn so với tổng lượng của dung dịch mạ vàng không dùng điện. Nồng độ lớn hơn khoảng trên đây có thể làm giảm tốc độ mạ, và nồng độ nhỏ hơn khoảng trên đây có thể làm giảm độ ổn định của dung dịch mạ.

<Tỷ lệ giữa hợp chất aldehyt (c) và hợp chất amin (d) có công thức chung (1)>

Tỷ lệ mol giữa hợp chất aldehyt (c) và hợp chất amin (d) có công thức chung (1) (hợp chất aldehyt : hợp chất amin) tốt hơn là 1 : 0,1 đến 1 : 20, và đặc biệt tốt hơn là 1 : 0,3 đến 1 : 10. Hợp chất aldehyt với lượng lớn hơn khoảng trên đây có thể khiến cho dung dịch mạ bị phân hủy, và hợp chất aldehyt với lượng nhỏ hơn khoảng trên đây tạo ra sự cân bằng thế-khử gần hơn về phía phản ứng thế, và có thể khó làm tăng độ dày màng mạ vàng đến 0,1 μm hoặc lớn hơn.

<Chất đệm pH>

Độ pH của dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế tốt hơn là 4 hoặc lớn hơn, và có thể chứa chất đệm pH được lựa chọn một cách thích hợp, nếu cần. Chất đệm pH là không bị giới hạn một cách cụ thể miễn sao có thể làm giảm sự dao động về độ pH mà không ảnh hưởng bất lợi đến các đặc tính của dung dịch mạ vàng không dùng điện.

Các ví dụ cụ thể về chất đệm pH bao gồm muối axit vô cơ như borat, phosphat, pyrophosphat, hoặc carbonat; và muối axit hữu cơ như axetat, xitrat, malat, tartrat, succinat, hoặc oxalat. Các muối này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Nồng độ của chất đệm pH được sử dụng trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế tốt hơn là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 100 g/L hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 0,1 g/L hoặc lớn hơn và 50 g/L hoặc nhỏ hơn. Nồng độ quá cao của chất đệm pH có thể gây ra sự tách muối trong dung dịch mạ. Nồng độ quá thấp của chất đệm pH khiến cho khó thu được tác dụng đệm độ pH đủ, và không thực tế.

Để điều chỉnh độ pH đến giá trị mong muốn, chất điều chỉnh độ pH như natri hydroxit, kali hydroxit, amoniac, axit sulfuric, axit phosphoric, axit boric, axit nitric, hoặc axit hydrocloric có thể còn được bổ sung.

<Chất che ion kim loại>

Dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế mong muốn chứa chất che ion kim loại. Trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế, ion kim loại niken, đồng, paladi, bạc, sắt, nhôm, hoặc các chất tương tự được trộn do sự phân ly của kim loại nền, hoặc từ vật thể cần được mạ hoặc đồ gá trong quy trình mạ, và độ ổn định của dung dịch mạ có thể bị giảm, tốc độ mạ có thể bị giảm, hoặc các đặc tính vật lý của màng phủ vàng có thể bị giảm, ví dụ. Bằng cách bổ sung chất che ion kim loại, các đặc tính không mong muốn có thể được kìm hãm

một cách hiệu quả.

Chất che ion kim loại đã biết có thể được sử dụng cho dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế.

Các ví dụ về chất che ion kim loại bao gồm axit aminocarboxylic như axit etylendiamintetraaxetic, axit nitrilotriaxetic, axit diethylentriaminpentaaxetic, axit triethylentetraminhexaaxetic, hoặc glyxin, và muối của chúng; axit hydroxycarboxylic như axit glycolic, axit gluconic, hoặc axit lactic, và muối của chúng; axit phosphonic như axit 1-hydroxyetan-1,1-diphosphonic, axit 2-phosphonobutan-1,2,4-tricarboxylic, axit nitritris metylen phosphonic, hoặc axit etylendiamintetrametylenphosphonic, và muối của chúng.

Ngoài ra, hợp chất amin bậc một không có gốc amin bậc hai, như etylendiamin hoặc propandiamin; và hợp chất amin bậc ba không có gốc amin bậc hai, như trietanolamin, tetrahydroxyetyletylendiamin, hoặc quadrol có thể được bổ sung làm chất che ion kim loại, một cách riêng rẽ so với hợp chất amin có công thức chung (1).

Các chất che ion kim loại này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Nồng độ của chất che ion kim loại được sử dụng trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế được mong muốn là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 100 g/L hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt được mong muốn là 0,1 g/L hoặc lớn hơn và 50 g/L hoặc nhỏ hơn. Nồng độ quá cao của chất che ion kim loại có thể gây ra sự tách muối trong dung dịch mạ. Nồng độ quá thấp của chất che ion kim loại khiến cho khó thu được tác dụng che ion kim loại đầy đủ, và không thực tế.

<Chất điều biến tinh thể>

Muối kim loại nặng có thể được bổ sung làm chất điều biến tinh thể vào dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế. Bằng cách bổ sung chất điều biến tinh thể, hiệu quả cải thiện về bên ngoài của màng phủ vàng và tốc độ mạ là

thu được. Các ví dụ về chất điều biến tinh thể bao gồm muối của kim loại nặng, như muối tali, muối chì, muối asen, muối antimon, muối telur, và muối bismut.

Các muối này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Nồng độ của muối kim loại nặng (chất điều biến tinh thể) được sử dụng trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế tốt hơn là 0,01 ppm hoặc lớn hơn và 100 ppm hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 0,1 ppm hoặc lớn hơn và 50 ppm hoặc nhỏ hơn. Nồng độ quá cao của muối kim loại nặng có thể gây ra sự phân tách trong màng phủ mạ vàng, tạo ra vết bên ngoài kém của bề mặt. Nồng độ quá thấp của muối kim loại nặng có thể khiến cho hiệu quả làm chất điều biến tinh thể không đầy đủ.

<Chất hoạt động bề mặt>

Chất hoạt động bề mặt có thể được bổ sung vào dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế, nếu cần. Chất hoạt động bề mặt là không bị giới hạn một cách cụ thể, và chất hoạt động bề mặt đã biết có thể được sử dụng.

Các chất hoạt động bề mặt có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Các ví dụ về loại chất hoạt động bề mặt bao gồm chất hoạt động bề mặt không ion, chất hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt lưỡng tính, và chất hoạt động bề mặt cation. Trong số các chất hoạt động bề mặt này, chất hoạt động bề mặt không ion, chất hoạt động bề mặt anion, và chất hoạt động bề mặt lưỡng tính là được ưu tiên.

Chất hoạt động bề mặt không ion là không bị giới hạn một cách cụ thể. Tuy nhiên, các ví dụ về chất hoạt động bề mặt không ion bao gồm chất hoạt động bề mặt không ion loại ete như nonylphenol polyalkoxylat, α -naphthol polyalkoxylat, dibutyl- β -naphthol polyalkoxylat, hoặc phenol polyalkoxylat được styren hóa; và chất hoạt động bề mặt không ion loại amin như octylamin

polyalkoxylat hoặc hexynylamin polyalkoxylat.

Các ví dụ về chất hoạt động bề mặt anion bao gồm chất hoạt động bề mặt loại alkyl sulfat như natri lauryl sulfat hoặc natri laureth sulfat; chất hoạt động bề mặt loại axit alkylsulfonic như natri dodecansulfonat hoặc natri dodexylbenzensulfonat; và chất hoạt động bề mặt loại alkyl phosphat như natri lauryl phosphat.

Các ví dụ về chất hoạt động bề mặt lưỡng tính bao gồm chất hoạt động bề mặt loại alkylimidazol như 2-undexyl-1-carboxymetyl-1-hydroxyetylimidazolium betain; chất hoạt động bề mặt loại alkylbetain như betain axit stearyldimethylaminoaxetic; và chất hoạt động bề mặt loại amin oxit như lauryl dimetyl amin oxit.

Các ví dụ về chất hoạt động bề mặt cation bao gồm muối lauryltrimethylamoni và muối laurylpyridin.

Nồng độ của chất hoạt động bề mặt trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế tốt hơn là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 20 g/L hoặc nhỏ hơn so với tổng lượng của dung dịch mạ vàng không dùng điện, nhưng lượng này không bị giới hạn một cách cụ thể miễn sao có thể thể hiện được hiệu quả mong muốn.

<Chất ổn định>

Chất ổn định đã biết đối với dung dịch mạ vàng không dùng điện có thể được bổ sung vào dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế, nếu cần. Bằng cách bổ sung chất ổn định, có thể hạn chế sự tạo thành của các hạt vàng mịn nổi trong khi mạ hoặc gia nhiệt dung dịch mạ.

Các ví dụ về chất ổn định bao gồm hợp chất dị vòng như 2-mercaptobenzothiazol, 6-etoxy-2-mercaptobenzothiazol, 2-mercaptobenzimidazol, 2-mercaptobenzoxazol, benzotriazol, hoặc 1,2,4-aminotriazol.

Nồng độ của chất ổn định trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo

sáng chế tốt hơn là 0,01 ppm hoặc lớn hơn và 1000 ppm hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 0,2 ppm hoặc lớn hơn và 100 ppm hoặc nhỏ hơn so với tổng lượng của dung dịch mạ vàng không dùng điện.

Nồng độ lớn hơn khoảng trên đây có thể làm giảm tốc độ mạ. Nồng độ nhỏ hơn khoảng trên đây có thể khiến cho tác dụng hạn chế sự tạo thành các hạt vàng mịn nổi ở mức ít là không đầy đủ.

[Dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin]

Như được mô tả trên đây, sáng chế cũng là sáng chế về dung dịch mạ vàng không dùng điện, và cũng là sáng chế về dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin cần được bổ sung khi dung dịch mạ vàng không dùng điện trên đây được duy trì trong điều kiện gia nhiệt.

Trong dung dịch mạ vàng không dùng điện, sản phẩm cộng aldehyt-amin được tạo ra bởi hợp chất aldehyt và hợp chất amin có tác dụng làm chất khử. Sản phẩm cộng aldehyt-amin làm chất khử gây ra phản ứng phụ với tác nhân tạo phức. Phản ứng phụ này cũng diễn ra ở trạng thái chờ gia nhiệt (ở trạng thái mà không có sự mạ vàng), và nồng độ của mỗi tác nhân tạo phức và tác nhân khử trong dung dịch mạ vàng không dùng điện là giảm. Vì lý do này, để duy trì hiệu quả của dung dịch mạ vàng không dùng điện, có thể cấp một cách định kỳ thành phần như tác nhân tạo phức, hợp chất aldehyt, hoặc hợp chất amin.

Dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế là dung dịch cấp để cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin làm chất khử vào dung dịch mạ vàng không dùng điện, và được cấp vào dung dịch mạ vàng không dùng điện riêng biệt so với dung dịch cấp tác nhân tạo phức để cấp tác nhân tạo phức.

Dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế là dung dịch cấp cần được bổ sung khi dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế được duy trì trong điều kiện gia nhiệt.

Dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế chủ yếu chứa:

ít nhất một

hợp chất aldehyt (c'); và

hợp chất amin (d') được thể hiện bởi công thức chung (1) dưới đây.



[Trong công thức chung (1), mỗi R^1 và R^2 là nhóm cho điện tử, và nếu m là số nguyên tử cacbon (C) trong phân tử và n là số nhóm amino bậc hai (-NH-) trong phân tử, m và n thỏa mãn $2 \leq m \leq 12$ và $n = 1$.]

Ngoài các thành phần thiết yếu trên đây, dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế có thể chứa chất đệm pH và các chất tương tự, nếu cần.

Nhờ điều chế dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế bằng cách hòa tan và trộn trước hợp chất aldehyt (c') và hợp chất amin (d') có công thức chung (1), có thể tạo ra sản phẩm cộng aldehyt-amin được bổ sung mạnh so với trường hợp sử dụng hợp chất amin được mô tả trong các tài liệu sáng chế 1 đến 4. Do đó, khi dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin được cấp vào dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế, thành phần aldehyt tự do không dư, và độ ổn định của dung dịch mạ vàng là tốt.

<Hợp chất aldehyt (c')>

Loại hợp chất aldehyt (c') được chứa trong dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế có thể là giống hoặc khác so với loại hợp chất aldehyt (c) trên đây được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế, nhưng cùng loại hợp chất aldehyt tốt hơn là được sử dụng.

Các ví dụ cụ thể về hợp chất aldehyt (c') bao gồm hợp chất aldehyt no, béo như formaldehyt, axetaldehyt, hoặc propionaldehyt; hợp chất aldehyt béo, không no như acrylic aldehyt hoặc crotonaldehyt; hợp chất dialdehyt như glyoxal, malonaldehyt, succinaldehyt, hoặc glutaraldehyt; hợp chất axit aldehyt như axit formic hoặc axit glyoxylic; hợp chất đường aldoza như glyxeraldehyt, erythroza,

riboza, glucoza, hoặc mannoza; và hợp chất aldehyt thơm như benzaldehyt, furfural, nitrobenzaldehyt, hydroxybenzaldehyt, hoặc vanilin. Các hợp chất này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Nồng độ của hợp chất aldehyt (c') là không bị giới hạn một cách cụ thể, nhưng tốt hơn là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 500 g/L hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 0,1 g/L hoặc lớn hơn và 400 g/L hoặc nhỏ hơn.

Nồng độ quá cao của hợp chất aldehyt (c') có thể khiến cho năng lượng khử hóa của dung dịch mạ cao cục bộ khi dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin được bổ sung, và có thể phân hủy dung dịch mạ. Nồng độ quá thấp của hợp chất aldehyt (c') có thể cần bổ sung dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin, và do đó có thể làm mất cân bằng do sự pha loãng dung dịch mạ ở thời điểm cấp và có thể khiến cho không thể thu được tốc độ mạ bình thường.

Để làm hợp chất aldehyt (c'), việc sử dụng formaldehyt theo cách riêng lẻ hoặc sử dụng formaldehyt kết hợp với hợp chất aldehyt khác được mô tả trên đây là đặc biệt được ưu tiên.

Formaldehyt có thể được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện bằng cách bổ sung formalin mà là dung dịch nước khoảng 37% formaldehyt chứa lượng nhỏ của metanol làm chất ổn định vào dung dịch nước.

Hơn thế nữa, formaldehyt có thể được tạo ra (được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện) cũng bằng cách bổ sung hợp chất cho formaldehyt không chứa nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử vào dung dịch nước.

Formaldehyt thu được bằng phương pháp như vậy như được mô tả trên đây tốt hơn là được chứa trong dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin của sáng chế.

Trong trường hợp này, “formalin” và/hoặc “hợp chất cho formaldehyt không chứa nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử” tốt hơn là được bổ sung sao cho

nồng độ của formaldehyt được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế là 0,1 g/L hoặc lớn hơn và 400 g/L hoặc nhỏ hơn.

Các ví dụ cụ thể về “hợp chất cho formaldehyt không chứa nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử” tốt hơn là để thu được formaldehyt trong dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế bao gồm metandiol, paraformaldehyt, trioxan, hexametylentetramin, hydroxy metylglyxin, 1-hydroxymetyl-5,5-dimetylhydantoin, 1,3-bis(hydroxymetyl)-5,5-dimetylhydantoin, 1,3,5-trimetylhexahydro-1,3,5-triazin, N,N'-dinitrosopentametylentetramin, quaternium-15, bishydroxymetylure, diazolidinylure, và imidazolidinylure. Các hợp chất này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Để thu được formaldehyt trong dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế, đặc biệt được ưu tiên sử dụng formalin, paraformaldehyt, trioxan, hoặc hexametylentetramin từ quan điểm kinh tế, mức độ hòa tan trong nước, và tính dễ dàng trong việc xử lý. Các hợp chất này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp với hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Hợp chất aldehyt (c) được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế có thể giống hoặc khác hợp chất aldehyt (c') được chứa trong dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin. Tuy nhiên, hợp chất aldehyt (c) tốt hơn là giống như hợp chất aldehyt (c') từ quan điểm về độ ổn định của dung dịch mạ vàng không dùng điện hoặc các yếu tố tương tự.

<Hợp chất amin (d') có công thức chung (1)>

Để làm hợp chất amin (d') có công thức chung (1), được chứa trong dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế, hợp chất amin cùng loại như hợp chất amin (d) có công thức chung (1), được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế có thể được sử dụng.

Cụ thể là, dipropylamin, N-butyletylamin, N-etyletylendiamin, N-

butyletylendiamin, N-metyl-1,3-diaminopropan, 2-(metylamino) etanol, 3-(metylamino)-1-propanol, 3-metylamino-1,2-propandiol, 2-(etylamino) etanol, 2-(propylamino) etanol, 2-(butylamino) etanol, 2-(2-aminoetylamino) etanol, 2-[(3-aminopropyl) amino] etanol, bis(2-aminoetyl) amin, N-(2-aminoetyl)-1,3-propandiamin, 3,3'-diaminodipropylamin, bis(2-hydroxyetyl) amin, diisopropanolamin, và bis(2-metoxetyl) amin là đặc biệt được ưu tiên.

Nồng độ của hợp chất amin (d') có công thức chung (1) là không bị giới hạn một cách cụ thể, nhưng tốt hơn là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 500 g/L hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 0,1 g/L hoặc lớn hơn và 400 g/L hoặc nhỏ hơn so với tổng lượng của dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin. Nồng độ lớn hơn khoảng trên đây có thể khiến cho năng lượng khử hóa của dung dịch mạ tăng cao cục bộ, và có thể phân hủy dung dịch mạ. Nồng độ quá thấp làm tăng lượng bổ sung của dung dịch cấp, và do đó do đó có thể phá vỡ sự cân bằng do pha loãng dung dịch mạ ở thời điểm cấp và có thể khiến cho không thể thu được tốc độ mạ bình thường.

Hợp chất amin (d) có công thức chung (1), được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế có thể giống hoặc khác hợp chất amin (d') có công thức chung (1), được chứa trong dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin. Tuy nhiên, hợp chất amin (d) tốt hơn là giống như hợp chất amin (d') từ quan điểm về độ ổn định của dung dịch mạ vàng không dùng điện hoặc các vấn đề tương tự.

<Tỷ lệ giữa hợp chất aldehyt (c') và hợp chất amin (d') có công thức chung (1)>

Tỷ lệ mol giữa hợp chất aldehyt (c') và hợp chất amin (d') có công thức chung (1) (hợp chất aldehyt : hợp chất amin) trong dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế tốt hơn là từ 1 : 0,1 đến 1 : 10. Tỷ lệ lớn hơn của hợp chất aldehyt so với khoảng trên đây có thể phân hủy dung dịch mạ khi dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin được bổ sung. Tỷ lệ lớn hơn của hợp chất amin

so với khoảng trên đây tạo ra sự cân bằng thể-khử gần hơn về phía phản ứng thể khi dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin được bổ sung, và có thể làm giảm tốc độ mạ.

<Chất đệm pH>

Độ pH của dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế tốt hơn là 4 hoặc lớn hơn. Giá trị độ pH thấp hơn khoảng trên đây khiến cho khó tạo ra sản phẩm cộng aldehyt-amin do việc proton hóa của gốc amin bậc hai, khiến cho aldehyt tự do dư khi dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin được bổ sung vào dung dịch mạ, và do đó có thể làm giảm độ ổn định của dung dịch mạ.

Dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế có thể chứa chất đệm pH được lựa chọn một cách thích hợp, nếu cần. Chất đệm pH là không bị giới hạn một cách cụ thể miễn sao có thể làm giảm sự dao động về độ pH mà không ảnh hưởng bất lợi đến các đặc tính của dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin. Các ví dụ cụ thể về chất đệm pH bao gồm muối axit vô cơ như borat, phosphat, pyrophosphat, hoặc carbonat; và muối axit hữu cơ như axetat, xitrat, malat, tartrat, succinat, hoặc oxalat. Các muối này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Nồng độ của chất đệm pH được sử dụng trong dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế tốt hơn là 0,01 g/L hoặc lớn hơn và 100 g/L hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt hơn là 0,1 g/L hoặc lớn hơn và 50 g/L hoặc nhỏ hơn. Nồng độ quá cao của chất đệm pH có thể gây ra sự tách muối trong dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin. Nồng độ quá thấp của chất đệm pH có thể khiến cho không thể thu được tác dụng đệm độ pH đủ, và điều này là không thực tế.

Để điều chỉnh độ pH đến giá trị mong muốn, chất điều chỉnh độ pH như natri hydroxit, kali hydroxit, amoniac, axit sulfuric, axit phosphoric, axit boric, axit nitric, hoặc axit hydrocloric có thể còn được bổ sung.

[Phương pháp sản xuất màng phủ vàng]

Như được mô tả trên đây, sáng chế cũng là sáng chế về dung dịch mạ vàng không dùng điện, cũng là sáng chế về dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin, và cũng là sáng chế về phương pháp sản xuất màng phủ vàng.

Đó là, sáng chế cũng là sáng chế về phương pháp sản xuất màng phủ vàng để tạo ra màng phủ vàng trên kim loại là đồng, hợp kim đồng, niken, hợp kim niken, paladi, hợp kim paladi, bạc, hợp kim bạc, vàng, hoặc hợp kim vàng sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện trên đây, khác biệt ở chỗ tạo ra màng phủ vàng trong khi dung dịch cấp tác nhân tạo phức chứa tác nhân tạo phức và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin trên đây được cấp riêng biệt.

Trong phương pháp sản xuất màng phủ vàng theo sáng chế, cần phải cấp dung dịch cấp tác nhân tạo phức và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin một cách riêng biệt vào dung dịch mạ vàng không dùng điện.

Nếu dung dịch cấp tác nhân tạo phức và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin được trộn trước để tạo ra một dung dịch, sản phẩm cộng aldehyt-amin và tác nhân tạo phức phản ứng từ từ với nhau để được biến đổi vào trong sản phẩm phản ứng.

Trạng thái của dung dịch này cũng được gọi là sản phẩm phản ứng, nó được tạo ra trong dung dịch mạ vàng không dùng điện. Do đó, thậm chí việc cấp một dung dịch này vào dung dịch mạ là tương đương với việc bổ sung hợp chất không có chức năng làm tác nhân tạo phức cho vàng hoặc chức năng làm chất khử, và mục đích của sáng chế không thể đạt được toàn bộ.

Lưu ý rằng, “dung dịch mạ vàng không dùng điện được gia nhiệt mô phỏng” được mô tả trong các ví dụ có nghĩa là dung dịch mạ vàng không dùng điện ở trạng thái trong đó sản phẩm phản ứng giữa sản phẩm cộng aldehyt-amin và tác nhân tạo phức được tạo ra bằng cách bổ sung cả “dung dịch cấp tác nhân tạo phức” và “dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin” mà cần được cấp tách biệt, không đổi trong khi gia nhiệt dung dịch mạ một lần trong quá trình bắt đầu

tạo ra dung dịch mạ và sau đó gia nhiệt hỗn hợp thành phẩm trong khoảng thời gian nhất định.

Đó là, dung dịch mạ vàng không dùng điện được gia nhiệt mô phỏng là dung dịch mạ vàng không dùng điện thu được bằng cách tái tạo theo cách mô phỏng trạng thái trong đó dung dịch mạ vàng không dùng điện được duy trì trong điều kiện gia nhiệt trong thời gian dài trong khi dung dịch cấp (dung dịch cấp tác nhân tạo phức và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin) được bổ sung vào dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế.

Trong các ví dụ được mô tả dưới đây, trong “Ví dụ thực nghiệm A”, để đánh giá sự ảnh hưởng của sự tích tụ của sản phẩm phản ứng giữa sản phẩm cộng aldehyt-amin và tác nhân tạo phức đến tốc độ mạ và độ ổn định của dung dịch mạ, dung dịch mạ vàng không dùng điện được gia nhiệt mô phỏng như vậy được sử dụng.

<Nhiệt độ trong khi mạ>

Nhiệt độ của dung dịch mạ vàng không dùng điện ở thời điểm sản xuất màng phủ vàng bằng cách mạ vàng không dùng điện sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện trên đây và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin tốt hơn là được điều chỉnh đến 40°C hoặc cao hơn và 90°C hoặc thấp hơn. Nhiệt độ quá cao có thể làm giảm độ ổn định của dung dịch mạ. Nhiệt độ quá thấp có thể khiến cho không thể thu được tốc độ mạ phù hợp.

<Nhiệt độ trong khi cấp>

Theo sáng chế, khi dung dịch mạ vàng không dùng điện trên đây được duy trì trong điều kiện gia nhiệt ở nhiệt độ 60°C đến 90°C, đặc biệt ở 70°C hoặc cao hơn, hiệu quả dung dịch mạ vàng không dùng điện có thể được duy trì bằng cách cấp định kỳ dung dịch cấp tác nhân tạo phức và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin từ các dây chuyền khác nhau.

<Dung dịch cấp tác nhân tạo phức>

“Tác nhân tạo phức” trong sáng chế có nghĩa là hợp chất để làm ổn định độ hòa tan của vàng trong dung dịch mạ vàng ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ và sau khi cấp.

“Dung dịch cấp tác nhân tạo phức” theo sáng chế là dung dịch cấp để cấp tác nhân tạo phức vào dung dịch mạ vàng không dùng điện theo cách tách biệt so với “tác nhân tạo phức (b)” được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ.

“Dung dịch cấp tác nhân tạo phức” theo sáng chế là dung dịch nước thu được bằng cách hòa tan tác nhân tạo phức trong nước. Tác nhân tạo phức cùng loại như “tác nhân tạo phức (b)” được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ có thể được sử dụng.

Các ví dụ cụ thể về dung dịch cấp tác nhân tạo phức bao gồm hợp chất xyanua như natri xyanua, kali xyanua, hoặc amoni xyanua; hợp chất thioxyanat như natri thioxyanat, kali thioxyanat, hoặc amoni thioxyanat; và hợp chất xyanat như natri xyanat, kali xyanat, hoặc amoni xyanat. Các hợp chất này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Cụ thể, kali xyanua và natri xyanua là được ưu tiên, và cũng có thể được sử dụng kết hợp với hợp chất thioxyanat hoặc hợp chất xyanat.

Tác nhân tạo phức được chứa trong dung dịch cấp tác nhân tạo phức có thể giống hoặc khác “tác nhân tạo phức (b)” được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ. Tuy nhiên, tác nhân tạo phức được chứa trong dung dịch cấp tác nhân tạo phức tốt hơn là giống như “tác nhân tạo phức (b)” từ quan điểm về độ ổn định của dung dịch mạ vàng không dùng điện hoặc các vấn đề tương tự.

<Lượng cấp>

Dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin tốt hơn là được cấp với lượng sao cho lượng của hợp chất aldehyt (c') được chứa trong dung dịch cấp sản phẩm

cộng aldehyt-amin là từ 0,1 đến 5 mol trên giờ so với 100 mol hợp chất aldehyt (c) được chứa trong dung dịch mạ vàng không dùng điện ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ.

Dung dịch cấp tác nhân tạo phức tốt hơn là được cấp với lượng sao cho thu được tỷ lệ cấp được mô tả dưới đây dưới dạng tỷ lệ với lượng cấp của dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin.

Lượng cấp quá lớn của dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin hoặc dung dịch cấp tác nhân tạo phức làm tăng tốc độ tích lũy của sản phẩm phản ứng giữa tác nhân tạo phức và dung dịch cấp, và có thể rút ngắn thời gian tồn tại của dung dịch mạ. Lượng cấp quá nhỏ của dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin hoặc dung dịch cấp tác nhân tạo phức khiến cho không thể thu được độ ổn định của dung dịch mạ, và có thể phân hủy dung dịch mạ.

<Tần suất cấp>

Mỗi dung dịch cấp tác nhân tạo phức và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin tốt hơn là được cấp ở khoảng thời gian bằng nhau khoảng 1 đến 1800 lần trên giờ, và tốt hơn nữa là được cấp không đổi ở tần suất khoảng 60 đến 720 lần trên giờ sử dụng bơm cấp.

Tần suất cấp của dung dịch cấp tác nhân tạo phức về cơ bản có thể giống hoặc khác tần suất cấp của dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin, nhưng tốt hơn là hầu như giống nhau.

Tần suất cấp lớn hơn khoảng trên đây không gây ra vấn đề gì. Tuy nhiên, ngay cả tần suất cấp quá lớn tạo ra tác dụng duy trì hiệu quả của dung dịch mạ đạt đến mức tối đa. Tần suất cấp nhỏ hơn khoảng trên đây làm tăng lượng cấp cần được cấp trong một lần. Do đó, kết quả là, sự thay đổi thành phần của dung dịch mạ vàng tăng lên, và các đặc tính của màng phủ mạ vàng có thể không đồng nhất.

<Tỷ lệ cấp>

Tỷ lệ cấp giữa dung dịch cấp tác nhân tạo phức và dung dịch cấp sản

phẩm cộng aldehyt-amin có thể được biến đổi theo cách bất kỳ phụ thuộc vào tần suất sử dụng dung dịch mạ và phương pháp sử dụng nó. Tuy nhiên, tác nhân tạo phức được chứa trong dung dịch cấp tác nhân tạo phức và hợp chất aldehyt (c') được chứa trong dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin tốt hơn là được cấp sao cho tỷ lệ mol (tác nhân tạo phức : hợp chất aldehyt) là 1 : 0,2 đến 1 : 10.

Nếu dung dịch cấp tác nhân tạo phức là dư so với dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin nằm trong khoảng trên đây về tỷ lệ cấp, tác nhân tạo phức phản ứng với sản phẩm cộng aldehyt-amin và sản phẩm cộng amin-aldehyt làm chất khử trong dung dịch mạ vàng không dùng điện được biến đổi thành sản phẩm phản ứng. Do đó, sự cân bằng thế-khử trở nên gần hơn về phía thế, tốc độ mạ giảm, và có thể không thể làm tăng độ dày màng.

Tuy nhiên, ví dụ, trong trường hợp nếu kế hoạch sản xuất bộ phận điện tử sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế là rõ ràng, phương pháp để bổ sung quá mức dung dịch cấp tác nhân tạo phức làm cho dung dịch mạ vàng không dùng điện phải chờ để gia nhiệt có thể là điều có lợi. Trong trường hợp này, tốt hơn là phân tích gốc aldehyt của sản phẩm cộng aldehyt-amin trong dung dịch mạ vàng không dùng điện và dừng việc cấp dung dịch cấp tác nhân tạo phức và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin ở thời điểm khi nồng độ của chúng bằng 0. Do đó, bằng cách lại bổ sung chỉ dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin ở thời điểm mạ vàng, có thể khôi phục sự cân bằng thế-khử về trạng thái ban đầu. Do đó, tốc độ mạ cũng có thể được duy trì, và độ dày màng có thể được tăng lên. Theo phương pháp này, lượng của sản phẩm phản ứng được tạo ra bởi phản ứng giữa tác nhân tạo phức và sản phẩm cộng aldehyt-amin có thể giảm, và do đó thời gian tồn tại của dung dịch mạ có thể được kéo dài hơn.

Trong khi đó, nếu tỷ lệ cấp của dung dịch cấp tác nhân tạo phức là quá nhỏ so với dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin, hiệu quả làm tác nhân tạo phức cho vàng là kém, và có thể làm tăng sự phân huỷ của dung dịch mạ.

<Kim loại nền>

Trong phương pháp sản xuất màng phủ vàng theo sáng chế, đồng, hợp kim đồng, niken, hợp kim niken, paladi, hợp kim paladi, bạc, hợp kim bạc, vàng, hoặc hợp kim vàng có thể được sử dụng làm kim loại nền.

“Hợp kim đồng”, “hợp kim niken”, “hợp kim paladi”, “hợp kim bạc”, và “hợp kim vàng” tương ứng là các hợp kim chứa đồng, niken, paladi, bạc, và vàng làm các thành phần chính (thành phần có tỷ lệ khối lượng lớn nhất).

Các ví dụ cụ thể về hợp kim niken bao gồm hợp kim niken-phospho, hợp kim niken-bo, và hợp kim niken-phospho-lưu huỳnh.

Các ví dụ cụ thể về hợp kim paladi bao gồm hợp kim dạng eutectic mà chứa nguyên tố á kim hoặc phi kim, như hợp kim paladi-phospho, hợp kim paladi-phospho-lưu huỳnh, hoặc hợp kim paladi-cacbon.

Hợp kim kim loại khác như hợp kim niken-paladi, hợp kim paladi-bạc, hoặc hợp kim bạc-vàng cũng có thể được sử dụng làm kim loại nền để tạo ra màng phủ vàng sử dụng phương pháp sản xuất màng phủ vàng theo sáng chế.

Cụ thể, phương pháp sản xuất màng phủ vàng theo sáng chế hầu như không làm giảm tốc độ mạ hoặc hầu như không gây ra sự biến đổi về độ dày màng mạ vàng ngay cả trong trường hợp nếu lớp mạ vàng được phủ lên trên kim loại nền mà là đồng, paladi, bạc, vàng, hoặc hợp kim của nó làm kim loại quý hơn niken, và do đó đặc biệt thích hợp để phủ lớp mạ vàng không dùng điện lên trên các kim loại này để sản xuất ra màng phủ vàng.

<Quy trình mạ>

Phương pháp sản xuất màng phủ vàng sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện và dung dịch cấp theo sáng chế cũng có thể được sử dụng để sản xuất màng phủ vàng trong quy trình bất kỳ trong số quy trình ENIG (Cu/Ni/Au), quy trình ENEPIG (Cu/Ni/Pd(P)/Au), quy trình mỏng Ni-ENEPIG (Cu/Ni mỏng/Pd(P)/Au), quy trình DEPIG (Cu/Pd/Au), quy trình DISIG (Cu/Ag/Au), quy trình

DIG (Cu/Au), và các quy trình tương tự, và quy trình mạ đích là không bị giới hạn.

[Màng phủ vàng]

Màng phủ vàng theo sáng chế được tạo ra bằng phương pháp sản xuất màng phủ vàng sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin theo sáng chế.

Màng phủ vàng theo sáng chế là màng phủ vàng được tạo ra trên kim loại đồng, hợp kim đồng, niken, hợp kim niken, paladi, hợp kim paladi, bạc, hợp kim bạc, vàng, hoặc hợp kim vàng, và có vẻ bên ngoài tốt thậm chí trong trường hợp màng phủ vàng có độ dày 0,1 μm hoặc lớn hơn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế sẽ được mô tả cụ thể với việc viện dẫn đến các ví dụ và các ví dụ so sánh, nhưng sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ dưới đây trừ phi nằm ngoài bản chất của sáng chế.

[Ví dụ thực nghiệm A]

Ví dụ thực nghiệm A (Các ví dụ từ 1 đến 6 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 7) được đánh giá sự ảnh hưởng của việc tích tụ sản phẩm phản ứng giữa sản phẩm cộng aldehyt-amin và tác nhân tạo phức đến tốc độ mạ và độ ổn định của dung dịch mạ. Ngoài ra, trong ví dụ thực nghiệm A, việc đánh giá được tiến hành không bằng cách cấp ổn định dung dịch cấp tác nhân tạo phức và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin vào dung dịch mạ vàng không dùng điện. Dung dịch mạ ở trạng thái trong đó sản phẩm phản ứng giữa sản phẩm cộng aldehyt-amin và tác nhân tạo phức được tạo ra được đánh giá sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện được gia nhiệt mô phỏng trên đây.

Cần rất nhiều thời gian để đánh giá sự ảnh hưởng của việc tích tụ sản phẩm phản ứng giữa sản phẩm cộng aldehyt-amin và tác nhân tạo phức trong quy trình mạ được cho là sử dụng trên thực tế. Để rút ngắn thời gian này, Ví dụ thực

nghiệm A đề cập đến việc đánh giá bằng cách tái tạo mô phỏng tình huống trong đó sản phẩm phản ứng giữa sản phẩm cộng aldehyt-amin và tác nhân tạo phức được tích tụ.

<Điều chế dung dịch mạ vàng không dùng điện>

<<Các ví dụ 1 và 5; các ví dụ so sánh 1 và 4>>

Hợp chất amin được chỉ ra trong các Bảng 7 và 8 được hòa tan trong nước tinh khiết. Formalin hoặc formaldehyt natri bisulfit được bổ sung vào đó làm nguồn formaldehyt, và được hòa tan trong điều kiện khuấy để tạo ra sản phẩm cộng aldehyt-amin.

Sau đó, axit etylendiamintetraaxetic làm chất che ion kim loại được hòa tan trong đó. Hơn thế nữa, kali phosphat làm chất đệm pH và muối tali làm chất điều biến tinh thể được hòa tan trong đó. Độ pH được điều chỉnh đến 7,0. Dung dịch nước kali hydroxit được sử dụng để làm tăng độ pH, và dung dịch nước axit phosphoric được sử dụng để làm giảm độ pH. Cuối cùng, vàng kali xyanua và kali xyanua làm tác nhân tạo phức được bổ sung và được hòa tan. Dưới đây, dung dịch này được đề cập dưới dạng “dung dịch mạ mới tạo ra”.

<Điều chế dung dịch mạ vàng không dùng điện được gia nhiệt mô phỏng>

<<Các ví dụ 2 đến 4 và 6; các ví dụ so sánh 2, 3, và 5 đến 7>>

Hợp chất amin được chỉ ra trong các Bảng 7 và 8 được hòa tan trong nước tinh khiết. Formalin hoặc formaldehyt natri bisulfit được bổ sung vào đó làm nguồn formaldehyt, và được hòa tan trong điều kiện khuấy để tạo ra sản phẩm cộng aldehyt-amin.

Sau đó, axit etylendiamintetraaxetic làm chất che ion kim loại được hòa tan trong đó. Hơn thế nữa, kali phosphat làm chất đệm pH và muối tali làm chất điều biến tinh thể được hòa tan trong đó.

Sau đó, dung dịch cấp mô phỏng A (dung dịch cấp tác nhân tạo phức) và

dung dịch cấp mô phỏng B (dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin) được bổ sung vào đó với tỷ lệ và thành phần được chỉ ra trong Bảng 9.

Trong trường hợp cấp ổn định, được giả định cấp dung dịch cấp mô phỏng A ở 0,12 mL/L trên giờ và dung dịch cấp mô phỏng B ở 0,6 mL/L trên giờ.

Như được mô tả trong các Bảng 7 và 8, trong trường hợp cấp ổn định dung dịch cấp mô phỏng A và dung dịch cấp mô phỏng B, mỗi dung dịch cấp mô phỏng A và dung dịch cấp mô phỏng B được bổ sung trong một lần theo trật tự này với lượng tương ứng với lượng tổng được cấp khi dung dịch cấp mô phỏng A và dung dịch cấp mô phỏng B được gia nhiệt trong 168 giờ (7 ngày), 336 giờ (14 ngày), hoặc 504 giờ (21 ngày).

Ví dụ, trong ví dụ 2 trong đó lượng tương ứng với lượng để cấp trong 168 giờ (7 ngày), dung dịch cấp mô phỏng A được bổ sung ở 20 mL/L ($0,12 \times 168$ mL/L), và sau đó dung dịch cấp mô phỏng B được bổ sung ở 100 mL/L ($0,6 \times 168$ mL/L).

Cuối cùng, vàng kali xyanua và kali xyanua (tác nhân tạo phức) được bổ sung và được hòa tan. Độ pH được điều chỉnh đến 7,0. Dung dịch nước kali hydroxit được sử dụng để làm tăng độ pH, và dung dịch nước axit phosphoric được sử dụng để làm giảm độ pH.

Do đó, để tạo ra sản phẩm phản ứng giữa các thành phần cấp (tác nhân tạo phức và sản phẩm cộng aldehyt-amin) trong dung dịch mạ, các thành phần cấp được gia nhiệt trong bể nước ở 80°C. Thời gian xử lý nhiệt được thiết lập ở 4 giờ so với lượng tương ứng để cấp trong 168 giờ (7 ngày).

Sau khi xử lý nhiệt, formaldehyt được phân tích bằng phương pháp được mô tả dưới đây. Trong trường hợp nếu lượng này giảm so với lượng ở thời điểm tạo ra mới dung dịch mạ, dung dịch cấp mô phỏng B (dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin) được bổ sung với lượng thích hợp, và nồng độ formaldehyt được hiệu chỉnh đến cùng nồng độ như nồng độ của dung dịch mạ mới tạo ra.

Đối với phép phân tích formaldehyt, độ hấp thụ ở $\lambda = 412$ nm được đo bằng phương pháp axetylaxeton. Độ hấp thụ được đo sử dụng quang phổ kế dòng kép U-2910 (được sản xuất bởi Hitachi High-Tech Science).

Nồng độ formaldehyt được điều chỉnh, và sau đó độ pH được điều chỉnh đến 7,0. Để làm tăng độ pH, dung dịch nước kali hydroxit được sử dụng. Để làm giảm độ pH, dung dịch nước axit phosphoric được sử dụng.

Dưới đây, dung dịch này được đề cập dưới dạng “dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng”. Dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng được sử dụng để khẳng định sự ảnh hưởng của sản phẩm phản ứng.

<Phương pháp đánh giá>

Đối với các dung dịch mạ vàng không dùng điện trong các ví dụ từ 1 đến 6 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 7, phương pháp mạ vàng được tiến hành sử dụng bảng mạch đánh giá dưới đây thông qua các quy trình mạ, và độ dày màng mạ vàng được đánh giá.

<<Bảng mạch đánh giá>>

Bảng mạch (40 mm × 40 mm × 1 mmt) có phoi đồng được dính lên trên vật liệu epoxy hỗn hợp thủy tinh (FR-4) và được tạo ra có các phần hở có kích thước ϕ bằng 0,5 mm bởi chất cản hàn được sử dụng.

<<Quy trình mạ>>

Quy trình mạ vàng được tiến hành trên bảng mạch đánh giá thông qua các quy trình khác nhau được mô tả trong các Bảng 1 đến 6.

Bảng 1: Quy trình Cu/Ni/Au

Bước	Hóa chất	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)
Tẩy nhò	PAC-200 (được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)	50	5
Khắc mềm	MEOX (được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)	30	2
Tẩy gỉ	10% thể tích axit sulfuric	25	0,5

Chất xúc tác	OMNiGuard 920 (được sản xuất bởi OMG Eletronic Chemicals, Inc.)	25	0,5
Tẩy gỉ	10% thể tích axit sulfuric	25	0,5
Mạ niken không dùng điện	OMNiGuard 930 (được sản xuất bởi OMG Eletronic Chemicals, Inc.)	82	20
Mạ vàng không dùng điện	Các dung dịch mạ vàng được chỉ ra trong các Bảng 7 và 8	80	30

Bảng 2: Quy trình Cu/Ni/Pd-P/Au

Bước	Hóa chất	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)
Tẩy nhòn	PAC-200 (được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)	50	5
Khắc mềm	MEOX (được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)	30	2
Tẩy gỉ	10% thể tích axit sulfuric	25	0,5
Chất xúc tác	OMNiGuard 920 (được sản xuất bởi OMG Eletronic Chemicals, Inc.)	25	0,5
Tẩy gỉ	10% thể tích axit sulfuric	25	0,5
Mạ niken không dùng điện	OMNiGuard 930 (được sản xuất bởi OMG Eletronic Chemicals, Inc.)	82	20
Mạ paladi-phospho không dùng điện	NEO PALLABRIGHT P (được sản xuất bởi JAPAN PURE CHEMICAL CO.,LTD.)	60	10
Mạ vàng không dùng điện	Các dung dịch mạ vàng được chỉ ra trong các Bảng 7 và 8	80	30

Bảng 3: Quy trình Cu/Ni/Pd/Au

Bước	Hóa chất	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)
Tẩy nhòn	PAC-200	50	5

	(được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)		
Khắc mềm	MEOX (được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)	30	2
Tẩy gỉ	10% thể tích axit sulfuric	25	0,5
Chất xúc tác	OMNiGuard 920 (được sản xuất bởi OMG Eletronic Chemicals, Inc.)	25	0,5
Tẩy gỉ	10% thể tích axit sulfuric	25	0,5
Mạ niken không dùng điện	OMNiGuard 930 (được sản xuất bởi OMG Eletronic Chemicals, Inc.)	82	20
Mạ paladi tinh khiết không dùng điện	NEO PALLABRIGHT (được sản xuất bởi JAPAN PURE CHEMICAL CO.,LTD.)	70	10
Mạ vàng không dùng điện	Các dung dịch mạ vàng được chỉ ra trong các Bảng 7 và 8	80	30

Bảng 4: Quy trình Cu/Pd/Au

Bước	Hóa chất	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)
Tẩy nhồn	PAC-200 (được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)	50	5
Khắc mềm	MEOX (được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)	30	2
Tẩy gỉ	10% thể tích axit sulfuric	25	0,5
Mạ paladi thay thế	IM-Pd (được sản xuất bởi JAPAN PURE CHEMICAL CO.,LTD.)	30	2
Mạ paladi tinh khiết không dùng điện	NEO PALLABRIGHT DP (được sản xuất bởi JAPAN PURE CHEMICAL CO.,LTD.)	70	5
Mạ vàng không dùng điện	Các dung dịch mạ vàng được chỉ ra trong các Bảng 7, 8, và 10	80	30

Bảng 5: Quy trình Cu/Au

Bước	Hóa chất	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)
Tẩy nhò	PAC-200 (được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)	50	5
Khắc mềm	MEOX (được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)	30	2
Tẩy gỉ	10% thể tích axit sulfuric	25	0,5
Mạ vàng không dùng điện	Các dung dịch mạ vàng được chỉ ra trong các Bảng 7 và 8	80	30

Bảng 6: Quy trình Cu/Ag/Au

Bước	Hóa chất	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (phút)
Tẩy nhò	PAC-200 (được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)	50	5
Khắc mềm	MEOX (được sản xuất bởi MURATA Co., Ltd.)	30	2
Tẩy gỉ	10% thể tích axit sulfuric	25	0,5
Mạ bạc không dùng điện	IM-Bạc TK (được sản xuất bởi JAPAN PURE CHEMICAL CO.,LTD.)	45	10
Mạ vàng không dùng điện	Các dung dịch mạ vàng được chỉ ra trong các Bảng 7 và 8	80	30

<<Về bên ngoài của lớp mạ vàng>>

Sắc màu của màng phủ mạ vàng thu được được quan sát bằng kính hiển vi quang học (50 lần).

<<Đo độ dày màng mạ vàng>>

Độ dày màng mạ vàng trong phần hở có ϕ bằng 0,5 mm được đo sử dụng dụng cụ đo độ dày màng tia X huỳnh quang (SEA 5120, được sản xuất bởi Seiko Instruments Inc.). Năm điểm bất kỳ trong số các phần hở trong bảng mạch được đo, và giá trị trung bình của nó được đánh giá để được sử dụng làm giá trị đo được về độ dày màng mạ vàng.

<Các kết quả đánh giá>

Các kết quả đánh giá được chỉ ra trong các Bảng 7 và 8.

Trong trường hợp nếu N-metyl-1,3-diaminopropan ($\text{CH}_3\text{-NH-C}_3\text{H}_6\text{-NH}_2$) làm hợp chất amin có công thức chung (1) được sử dụng làm hợp chất amin và formalin được sử dụng làm nguồn formaldehyt (Các ví dụ từ 1 đến 4), trong quy trình mạ bất kỳ, không có sự thay đổi về vẻ bên ngoài của các màng phủ vàng thu được từ các dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng (các ví dụ 2 đến 4) so với dung dịch mạ mới tạo ra (Ví dụ 1), và các màng phủ màu vàng chanh thu được trong cả hai trường hợp. Ngoài ra, trong trường hợp nếu dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng được sử dụng, độ dày màng mạ vàng hầu như không giảm, và không diễn ra sự phân hủy dung dịch mạ.

Ngoài ra, trong trường hợp nếu 3,3'-diaminodipropylamin ($\text{H}_2\text{N-C}_3\text{H}_6\text{-NH-C}_3\text{H}_6\text{-NH}_2$) làm hợp chất amin tương tự có công thức chung (1) được sử dụng làm hợp chất amin (các ví dụ 5 và 6), tương tự, trong quy trình mạ bất kỳ, màng phủ vàng thu được từ dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng (Ví dụ 6) hầu như có vẻ bên ngoài và độ dày màng giống như màng phủ vàng thu được từ dung dịch mạ mới tạo ra (Ví dụ 5), và không diễn ra sự phân hủy dung dịch mạ.

Trong khi đó, trong trường hợp nếu N,N'-bis(2-hydroxyetyl) etylendiamin ($\text{HO-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$) có hai nhóm amino bậc hai trong phân tử được sử dụng làm hợp chất amin và formalin được sử dụng làm nguồn formaldehyt (Các ví dụ so sánh từ 1 đến 3), dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng thể hiện xu hướng mà vẻ bên ngoài của màng phủ vàng bị suy giảm, độ

dày màng bị giảm, hoặc dung dịch mạ bị phân hủy so với dung dịch mạ mới tạo ra.

Trong trường hợp sử dụng dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng (Ví dụ so sánh 2) mà chế phẩm cấp tương ứng với việc lưu lại trong điều kiện gia nhiệt trong 168 giờ (7 ngày) được bổ sung, trong quy trình Cu/Ni/Au, độ dày màng mạ vàng hầu như giống như trong trường hợp sử dụng dung dịch mạ mới tạo ra (Ví dụ so sánh 1). Tuy nhiên, trong quy trình mạ khác (quy trình mạ trong đó kim loại nền quý hơn Ni), độ dày màng là giảm so với độ dày trong trường hợp sử dụng dung dịch mạ mới tạo ra (Ví dụ so sánh 1).

Ngoài ra, trong dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng (Ví dụ so sánh 3) mà chế phẩm cấp tương ứng với việc lưu lại trong điều kiện gia nhiệt trong 336 giờ (14 ngày) được bổ sung, dung dịch mạ bị phân hủy. Đó là, vàng bị khử từ các ion vàng được nổi lên hoặc bị kết tủa trong cốc.

Trong các ví dụ so sánh 4 đến 7 trong đó N,N'-bis(2-hydroxyetyl) etylendiamin ($\text{HO-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$) được sử dụng làm hợp chất amin và formaldehyt natri bisulfit được sử dụng làm nguồn formaldehyt của dung dịch mạ mới tạo ra, tốc độ mạ vàng là chậm trong quy trình trong đó kim loại nền quý hơn Ni.

Trong dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng (Ví dụ so sánh 5) sử dụng chỉ formaldehyt natri bisulfit làm nguồn formaldehyt của dung dịch cấp mô phỏng B (dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin), sự suy giảm về tốc độ là đáng kể trong quy trình mạ không phải quy trình Cu/Ni/Au so với dung dịch mạ mới tạo ra (Ví dụ so sánh 4).

Ngoài ra, trong dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng (Ví dụ so sánh 6) sử dụng formaldehyt natri bisulfit và formalin làm nguồn formaldehyt của dung dịch cấp mô phỏng B (dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin) ở tỷ lệ mol cân bằng, sự suy giảm về tốc độ trong quy trình mạ khác Cu/Ni/Au có thể không tránh

khỏi.

Trong dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng (Ví dụ so sánh 7) sử dụng chỉ formalin làm nguồn formaldehyt của dung dịch cấp mô phỏng B (dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin), độ ổn định dung dịch mạ là kém đáng kể và dung dịch mạ bị phân hủy ở thời điểm điều chế dung dịch mạ gia nhiệt mô phỏng.

Bảng 7

		Ví dụ					
		1	2	3	4	5	6
Hỗn hợp thành phần dung dịch mạ	Muối vàng xyanua	Vàng kali xyanua (g/L)	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
	Tác nhân tạo phức	Kali xyanua (g/L)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
	chất đệm pH	Kali phosphat (g/L)	10	10	10	10	10
	Chất che ion kim loại	Axit etylenđiamintetraaxetic (g/L)	10	10	10	10	10
	Hợp chất aldehyt	Formalin (mL/L)	7,5	7,5	7,5	2,5	2,5
		Formaldehyt natri bisulfit (g/L)	-	-	-	-	-
		[theo formaldehyt (g/L)]	[3]	[3]	[3]	[1]	[1]
		CH ₃ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (g/L)	25	25	25	-	-
	Hợp chất amin	H ₂ N-C ₃ H ₆ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (g/L)	-	-	-	18	18
		HO-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -OH(g/L)	-	-	-	-	-
Chất điều biến tinh thể		Tl(mg/L)	2	2	2	2	2
Dung dịch cấp mô phỏng		Dung dịch cấp mô phỏng A	-	lượng tương ứng với 168 giờ	lượng tương ứng với 336 giờ	-	lượng tương ứng với 336 giờ

	Dung dịch cấp mô phỏng B		B1 lượng tương ứng với 168 giờ	B1 lượng tương ứng với 336 giờ	B1 lượng tương ứng với 504 giờ		B2 lượng tương ứng với 336 giờ
pH		7	7	7	7		7
Thời gian gia nhiệt ở 80°C sau khi bổ sung dung dịch cấp mô phỏng (giờ)		-	4	8	12	-	8
Độ ổn định	Sự phân hủy của dung dịch mạ sau khi xử lý nhiệt trên đây	-	Không bị phân hủy	Không bị phân hủy	Không bị phân hủy	-	Không bị phân hủy
Màng phủ vàng	Vé bên ngoài	Cu/Ni/Au	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh
		Cu/Ni/Pd-P/Au	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh
		Cu/Ni/Pd/Au	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh
		Cu/Pd/Au	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh
		Cu/Ag/Au	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh
		Cu/Au	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh
		Cu/Ni/Au	0,18	0,18	0,18	0,17	0,18
		Cu/Ni/Pd-P/Au	0,16	0,16	0,15	0,15	0,15
	Độ dày màng (µm)	Cu/Ni/Pd/Au	0,18	0,18	0,18	0,16	0,16
		Cu/Pd/Au	0,15	0,15	0,14	0,16	0,16
		Cu/Ag/Au	0,18	0,18	0,17	0,18	0,18
		Cu/Au	0,22	0,22	0,21	0,20	0,20

“Hợp chất amin” trong Bảng 7 là $\text{CH}_3\text{-NH-C}_3\text{H}_6\text{-NH}_2$ (Các ví dụ từ 1 đến 4) hoặc $\text{H}_2\text{N-C}_3\text{H}_6\text{-NH-C}_3\text{H}_6\text{-NH}_2$ (các ví dụ 5 và 6).

Bảng 8

		Ví dụ so sánh						
		1	2	3	4	5	6	7
Hỗn hợp thành phần dung dịch mạ	Muối vàng xyanua	Vàng kali xyanua (g/L)	2	2	2	2	2	2
	Tác nhân tạo phức	Kali xyanua (g/L)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
	Chất đệm pH	Kali phosphat (g/L)	10	10	10	10	10	10
	Chất che ion kim loại	Axit etylenđiamintetraaxetic (g/L)	15	15	10	10	10	10
		Formalin (mL/L)	2,5	2,5	-	-	-	-
	Hợp chất aldehyt	Formaldehyt natri bisulfit (g/L)	-	-	2	2	2	2
		[theo formaldehyt (g/L)]	[1]	[1]	[0,4]	[0,4]	[0,4]	[0,4]
		CH ₃ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (g/L)	-	-	-	-	-	-
	Hợp chất amin	H ₂ N-C ₃ H ₆ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (g/L)	-	-	-	-	-	-
		HO-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -OH(g/L)	20	20	10	10	10	10
Chất điều biến tinh thể		Tl(mg/L)	2	2	2	2	2	2
	Dung dịch cấp mô phỏng	Dung dịch cấp mô phỏng A	-	lượng tương ứng với 168 giờ	lượng tương ứng với 336 giờ	lượng tương ứng với 336 giờ	lượng tương ứng với 336 giờ	lượng tương ứng với 336 giờ

		Dung dịch cấp mô phỏng B	B'1 lượng tương ứng với 168 giờ	B'1 lượng tương ứng với 336 giờ	-	B'2 lượng tương ứng với 336 giờ	B'3 lượng tương ứng với 336 giờ	B'1 lượng tương ứng với 336 giờ
pH			7	7	7	7	7	7
Thời gian gia nhiệt ở 80°C sau khi bổ sung dung dịch cấp mô phỏng (giờ)			4	8	-	8	8	8
Độ ổn định		Sự phân hủy của dung dịch mạ sau khi xử lý nhiệt trên đây	Không bị phân hủy	Bị phân hủy	-	Không bị phân hủy	Không bị phân hủy	Bị phân hủy
Màng phủ vàng	Vẽ bên ngoài	Cu/Ni/Au	Màu vàng chanh	Bị phân hủy	Màu vàng chanh	Đỏ hung	Màu vàng chanh	Bị phân hủy
		Cu/Ni/Pd-P/Au	Màu vàng chanh	Bị phân hủy	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Bị phân hủy
		Cu/Ni/Pd/Au	Màu vàng chanh	Bị phân hủy	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Bị phân hủy
		Cu/Pd/Au	Màu vàng chanh	Bị phân hủy	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Bị phân hủy
		Cu/Ag/Au	Màu vàng chanh	Bị phân hủy	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Bị phân hủy
		Cu/Au	Màu vàng chanh	Bị phân hủy	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Màu vàng chanh	Bị phân hủy
		Cu/Ni/Au	0,22	0,21	0,17	0,16	0,16	Bị phân hủy
Độ dày màng (μm)		Cu/Ni/Pd-P/Au	0,18	0,15	0,06	0,04	0,04	Bị phân hủy

		Cu/Ni/Pd/Au	0,20	0,17	Bị phân hủy	0,10	0,06	0,08	Bị phân hủy
		Cu/Pd/Au	0,17	0,15	Bị phân hủy	0,10	0,05	0,07	Bị phân hủy
		Cu/Ag/Au	0,15	0,12	Bị phân hủy	0,07	0,05	0,04	Bị phân hủy
		Cu/Au	0,18	0,15	Bị phân hủy	0,10	0,05	0,07	Bị phân hủy

“Hợp chất amin” trong Bảng 8 là $\text{HO-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$
(Các ví dụ so sánh từ 1 đến 7).

Bảng 9

		Ví dụ		Ví dụ so sánh		
		2,3,4	6	2,3,7	5	6
Tỷ lệ trong số các thành phần cấp mô phỏng	Dung dịch cấp mô phỏng A	2	2	2	2	2
	Kali xyanua (mol)					
	CH ₃ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (mol)	3	-	-	-	-
	H ₂ N-C ₃ H ₆ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (mol)	-	3	-	-	-
	Dung dịch cấp mô phỏng B	-	-	3	3	3
	HO-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -OH(mol)					
Hỗn hợp thành phần của dung dịch cấp mô phỏng	Formaldehyt natri bisulfit (mol)	-	-	-	1,5	0,75
	Formaldehyt [Formalin] (mol)	1,5	1,5	1,5	-	0,75
	Kali xyanua (g/L)	130	130	130	130	130
	CH ₃ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (g/L)	53	-	-	-	-
	H ₂ N-C ₃ H ₆ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (g/L)	-	79	-	-	-
	Dung dịch cấp mô phỏng B	-	-	89	89	89
	HO-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -OH(g/L)					
	Formaldehyt natri bisulfit (g/L)	-	-	-	40	20
Formalin (mL/L)		22,4	22,4	22,4	-	11,2

		Axit phosphoric	Lượng thích hợp	Lượng thích hợp	Lượng thích hợp	Lượng thích hợp	Lượng thích hợp
		Các ký hiệu trong các Bảng 7 và 8	B1	B2	B'1	B'2	B'3
pH			7	7	7	7	7

Trong Bảng 9, hợp chất amin được chứa trong dung dịch cấp mô phỏng B là $\text{CH}_3\text{-NH-C}_3\text{H}_6\text{-NH}_2$ (các ví dụ 2 đến 4), $\text{H}_2\text{N-C}_3\text{H}_6\text{-NH-C}_3\text{H}_6\text{-NH}_2$ (Ví dụ 6), hoặc $\text{HO-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$ (Ví dụ so sánh 2, 3, và 5 đến 7).

Cho rằng, dung dịch cấp mô phỏng A được chỉ ra trong Bảng 9 được cấp ở 0,12 mL/L trên giờ và dung dịch cấp mô phỏng B được cấp ở 0,6 mL/L trên giờ.

[Ví dụ thực nghiệm B]

Trong ví dụ thực nghiệm B (các ví dụ 7 đến 9 và các ví dụ so sánh 8 đến 15), ở trạng thái mà ở đó dung dịch mạ vàng không dùng điện chờ để gia nhiệt, dung dịch cấp tác nhân tạo phức và dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-amin được cấp một cách ổn định, và sự ảnh hưởng của việc tích tụ sản phẩm phản ứng giữa sản phẩm cộng aldehyt-amin và tác nhân tạo phức đến tốc độ mạ và độ ổn định của dung dịch mạ nhờ đó được đánh giá, và trường hợp sử dụng trên thực tế của sáng chế được giả định.

< Các ví dụ từ 7 đến 9 và các ví dụ so sánh từ 8 đến 15 >

Dung dịch mạ mới tạo ra được điều chế theo phương pháp tương tự với phương pháp được mô tả trong phần <Điều chế dung dịch mạ vàng không dùng điện> trong ví dụ thực nghiệm A ngoại trừ rằng hỗn hợp các thành phần được thay đổi như được mô tả trong Bảng 10.

Dung dịch cấp (dung dịch cấp A và dung dịch cấp B) được mô tả trong Bảng 11 được bổ sung ổn định trong khi dung dịch mạ được gia nhiệt ở 80°C sử dụng dung dịch mạ 1 L mới tạo ra điều chế được (dung dịch mạ vàng không dùng điện), và hỗn hợp thành phẩm được duy trì trong điều kiện gia nhiệt trong khoảng thời gian dài. Khi nhiệt độ của dung dịch mạ là 70°C hoặc cao hơn, bao gồm thời gian nhiệt độ tăng hoặc làm mát, dung dịch cấp được bổ sung.

Dung dịch cấp được bổ sung ổn định sử dụng bơm nhu động (SMP-21, được sản xuất bởi Tokyo Rikakikai Co., Ltd.). Dung dịch cấp A (dung dịch cấp tác nhân tạo phức) và dung dịch cấp B (dung dịch cấp sản phẩm cộng aldehyt-

amin) được bổ sung riêng biệt từ các dây chuyên độc lập.

Đối với dung dịch cấp A, 3,3 g/L kali xyanua được bổ sung ở 6 mL/L trên giờ.

Dung dịch cấp B được điều chỉnh sao cho có nồng độ được chỉ ra trong Bảng 11, và được bổ sung ở 6 mL/L trên giờ.

Việc lưu lại trong khi gia nhiệt được thực hiện trong 10 giờ trên ngày. Sau khi duy trì trong điều kiện gia nhiệt, dung dịch mạ vàng không dùng điện được làm mát xuống nhiệt độ trong phòng và sau đó được để yên. Bằng cách lặp lại cách vận hành này, một phần dung dịch mạ vàng không dùng điện được thu gom ở thời điểm khi thời gian gia nhiệt tổng được chỉ ra trong Bảng 10 đạt được, và quy trình Cu/Pd/Au được chỉ ra trong Bảng 4 được tiến hành trên bảng mạch in được mô tả dưới đây. Độ dày màng mạ vàng được đo theo cách tương tự với phương pháp được mô tả trong phần “Đo độ dày màng mạ vàng” trong ví dụ thực nghiệm A.

Ngoài ra, trước khi mẫu này để đo độ dày màng mạ vàng được tạo ra, lượng của formaldehyt được phân tích theo phương pháp tương tự như phương pháp phân tích dung dịch mạ vàng không dùng điện được gia nhiệt mô phỏng trong ví dụ thực nghiệm A. Trong trường hợp nếu lượng của formaldehyt giảm 10% hoặc lớn hơn so với dung dịch mạ mới tạo ra, mỗi dung dịch cấp B được bổ sung và được hiệu chỉnh, và sau đó mẫu để đo độ dày màng mạ vàng được tạo ra.

Đối với bảng mạch để đo độ dày màng mạ vàng, bảng mạch in có phần độc lập và phần dẫn được sử dụng. Giống bảng mạch của sản phẩm thực tế, bảng mạch in có phần điện cực đồng độc lập (phần độc lập) không dẫn điện với điện cực đồng khác và có đường kính lỗ ϕ bằng 0,5 mm, và phần điện cực đồng (phần dẫn) được nối với điện cực điện tích lớn được hở ở phần dưới của lớp cán hàn và có đường kính lỗ ϕ bằng 0,5 mm.

Độ dày màng mạ vàng được đo trong mỗi phần độc lập và phần dẫn.

Các kết quả đánh giá được chỉ ra trong Bảng 10.

Trong các ví dụ 7 đến 9, dung dịch mạ vàng không dùng điện theo sáng chế, chứa hợp chất amin có công thức chung (1) và formalin làm nguồn formaldehyt được sử dụng.

Độ ổn định của dung dịch mạ là tốt và độ dày màng mạ vàng (tốc độ mạ vàng) là cũng ổn định thậm chí sau khi bước gia nhiệt được thực hiện trong tổng số nhiều hơn 200 giờ.

Trong ví dụ so sánh 8, quá trình duy trì trong điều kiện gia nhiệt được thực hiện sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện chứa hợp chất amin có hai gốc amin bậc hai trong phân tử và formaldehyt natri bisulfit làm nguồn formaldehyt ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ, và sử dụng dung dịch cấp B chứa formalin.

Độ dày màng mạ vàng (tốc độ mạ vàng) là ổn định mà không có sự phân hủy của dung dịch mạ cho đến 72 giờ trong toàn bộ quá trình gia nhiệt, nhưng dung dịch mạ bị phân hủy sau 80 giờ.

Trong ví dụ so sánh 9, như trong ví dụ so sánh 8, hợp chất amin có hai gốc amin bậc hai trong phân tử được sử dụng, và formalin được sử dụng làm nguồn formaldehyt ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ và cho dung dịch cấp B. Tuy nhiên, hàm lượng bisulfit không tồn tại. Do đó, độ ổn định của dung dịch mạ là kém, và dung dịch mạ bị phân hủy sau 60 giờ của tổng thời gian gia nhiệt.

Trong ví dụ so sánh 10, như trong các ví dụ so sánh 8 và 9, hợp chất amin có hai gốc amin bậc hai trong phân tử được sử dụng, và nồng độ của formalin ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ là giảm.

Trong trường hợp này, thậm chí nếu formalin được sử dụng cho dung dịch cấp B, dung dịch mạ không bị phân hủy cho đến khoảng 90 giờ. Tuy nhiên, tốc độ mạ giảm do sự tích tụ của sản phẩm phản ứng thu được từ dung dịch cấp sau khi duy trì trong điều kiện gia nhiệt trong 72 giờ.

Trong ví dụ so sánh 10, sau khi dung dịch mạ bị phân hủy sau 90 giờ, vàng kết tủa được lọc, hợp chất vàng lại được cấp, và sau đó độ dày màng mạ vàng (tốc độ mạ vàng) được đo. Kết quả là, phần độc lập có độ dày bằng 0,40 μm , và phần dẫn có độ dày bằng 0,48 μm . Dung dịch mạ bị phân hủy lại trong khi gia nhiệt, tốc độ mạ tăng đến giá trị bằng hoặc lớn hơn hai lần so với tốc độ sau 1 giờ gia nhiệt, và tốc độ mạ không thể được kiểm soát lâu hơn.

Trong ví dụ so sánh 11, hợp chất amin có hai gốc amin bậc hai trong phân tử giống như trong các ví dụ so sánh 8 đến 10 được sử dụng, và formalin được sử dụng làm nguồn formaldehyt ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ và cho dung dịch cấp B. Hơn thế nữa, natri sulfit được bổ sung làm chất ổn định vào dung dịch cấp B.

Trong trường hợp này, dung dịch mạ không bị phân hủy sau 170 giờ của tổng thời gian gia nhiệt. Tuy nhiên, tốc độ mạ giảm do lưu lại trong điều kiện gia nhiệt, và sự chênh lệch về độ dày màng giữa phần độc lập và phần dẫn tăng.

Trong ví dụ so sánh 12, hợp chất amin có hai gốc amin bậc hai trong phân tử, khác so với trong các ví dụ so sánh 8 đến 11 được sử dụng, và formalin được sử dụng làm nguồn formaldehyt ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ và cho dung dịch cấp B.

Tốc độ mạ giảm sau 24 giờ của tổng thời gian gia nhiệt, và dung dịch mạ bị phân hủy sau 60 giờ của tổng thời gian gia nhiệt.

Trong ví dụ so sánh 13, hợp chất amin có ba gốc amin bậc hai trong phân tử được sử dụng, và formalin được sử dụng làm nguồn formaldehyt ở thời điểm tạo ra dung dịch mạ và cho dung dịch cấp B.

Tốc độ mạ giảm sau 8 giờ do sự ảnh hưởng của sản phẩm phản ứng, và dung dịch mạ bị phân hủy sau 16 giờ.

Trong ví dụ so sánh 14, hợp chất amin có bốn gốc amin bậc hai trong phân tử được sử dụng, và formalin được sử dụng làm nguồn formaldehyt ở thời

điểm tạo ra dung dịch mạ và cho dung dịch cấp B.

Tốc độ mạ là chậm và sự phân hủy xảy ra sau 4 giờ của tổng thời gian gia nhiệt.

Trong ví dụ so sánh 15, hợp chất amin có một gốc amin bậc hai trong phân tử nhưng có các nhóm hút điện tử ở cả hai đầu của gốc amin bậc hai được sử dụng.

Tốc độ mạ là chậm và sự phân hủy diễn ra sau 6 giờ của tổng thời gian gia nhiệt.

Bảng 10

		Ví dụ	Ví dụ so sánh					Ví dụ so sánh						
			7	8	9	8	9	10	11	12	13	14	15	
Dung dịch mà mới tạo ra	Thành phần tạo thành	Muối vàng xyanua	Vàng kali xyanua (g/L)	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
		Tác nhân tạo phức	Kali xyanua (g/L)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
		chất đệm pH	Kali phosphat (g/L)	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
		Chất che ion kim loại	Axit etylen diamintetraaxetic (g/L)	10	10	10	10	15	15	15	15	15	15	15
	Hợp chất amin	Hợp chất aldehyt	Formalin (mL/L)	7,5	1	2,5	-	2,5	1	1	1	1	1	1
			Formaldehyt natri bisulfit (g/L)	-	-	-	2	-	-	-	-	-	-	-
			CH ₃ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (g/L)	25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
			H ₂ N-C ₃ H ₆ -NH-C ₂ H ₄ -OH(g/L)	-	8	-	-	-	-	-	-	-	-	-
			H ₂ N-C ₃ H ₆ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (g/L)	-	-	18	-	-	-	-	-	-	-	-
			HO-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -OH(g/L)	-	-	-	10	20	10	10	-	-	-	-
			H ₂ N-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH ₂ (g/L)	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-
			H ₂ N-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH ₂ (g/L)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
			H ₂ N-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH ₂ (g/L)	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-

24 giờ	Phản độc lập	0,16	0,16	0,16	0,11	0,17	0,17	0,17	0,10	Bị phân hủy		
	Phản dẫn	0,16	0,17	0,16	0,10	0,19	0,18	0,18	0,14	Bị phân hủy		
48 giờ	Phản độc lập	0,16	0,16	0,15	0,09	0,16	0,16	0,16	0,06			
	Phản dẫn	0,16	0,17	0,16	0,10	0,18	0,17	0,16	0,12			
72 giờ	Phản độc lập	0,16	0,16	0,16	0,09	Bị phân hủy	0,14	0,15	Bị phân hủy			
	Phản dẫn	0,16	0,17	0,16	0,10	Bị phân hủy	0,16	0,14	Bị phân hủy			
96 giờ	Phản độc lập	0,16	0,16	0,16	Bị phân hủy		Bị phân hủy	0,13				
	Phản dẫn	0,16	0,16	0,16	Bị phân hủy		Bị phân hủy	0,10				
168 giờ	Phản độc lập	0,16	0,16	0,16				0,12				
	Phản dẫn	0,16	0,17	0,16				0,09				
200 giờ	Phản độc lập	0,16	0,16	0,16				Bị phân hủy				
	Phản dẫn	0,17	0,17	0,16				Bị phân hủy				
240 giờ	Phản độc lập	0,16	0,16	0,15								
	Phản dẫn	0,17	0,17	0,16								

“Hợp chất amin” trong Bảng 10 là $\text{CH}_3\text{-NH-C}_3\text{H}_6\text{-NH}_2$ (Ví dụ 7), $\text{H}_2\text{N-C}_3\text{H}_6\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$ (Ví dụ 8), $\text{H}_2\text{N-C}_3\text{H}_6\text{-NH-C}_3\text{H}_6\text{-NH}_2$ (Ví dụ 9), $\text{HO-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$ (Ví dụ so sánh 8 đến 11), $\text{H}_2\text{N-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH}_2$ (Ví dụ so sánh 12), $\text{H}_2\text{N-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH}_2$ (Ví dụ so sánh 13), $\text{H}_2\text{N-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH}_2$ (Ví dụ so sánh 14), hoặc $\text{HOOC-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-COOH}$ (Ví dụ so sánh 15).

Bảng 11

			Ví dụ so sánh											
			Ví dụ			Ví dụ so sánh								
			7	8	9	8	9	10	11	12	13	14	15	
Dung dịch cấp A	Tác nhân tạo phức	Kali xyanua (g/L)	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3
	Hợp chất aldehyt	Formalin (mL/L)	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2
	Hợp chất amin	CH ₃ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (g/L)	3,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
		H ₂ N-C ₃ H ₆ -NH-C ₂ H ₄ -OH(g/L)	-	4,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
		H ₂ N-C ₃ H ₆ -NH-C ₃ H ₆ -NH ₂ (g/L)	-	-	4,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-
HO-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -OH(g/L)		-	-	-	-	5,3	5,3	5,3	5,3	-	-	-	-	
Dung dịch cấp B	Hợp chất amin	H ₂ N-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH ₂ (g/L)	-	-	-	-	-	-	-	5,3	-	-	-	-
	Hợp chất ổn định	H ₂ N-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH ₂ (g/L)	-	-	-	-	-	-	-	-	6,8	-	-	-
		H ₂ N-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -NH ₂ (g/L)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	8,4	-	-
		HOOC-C ₂ H ₄ -NH-C ₂ H ₄ -COOH(g/L)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5,8	-
		Natri sulfit (g/L)	-	-	-	-	-	-	-	1,3	-	-	-	-
pH		7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0

“Hợp chất amin” trong Bảng 11 là $\text{CH}_3\text{-NH-C}_3\text{H}_6\text{-NH}_2$ (Ví dụ 7), $\text{H}_2\text{N-C}_3\text{H}_6\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$ (Ví dụ 8), $\text{H}_2\text{N-C}_3\text{H}_6\text{-NH-C}_3\text{H}_6\text{-NH}_2$ (Ví dụ 9), $\text{HO-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-OH}$ (Ví dụ so sánh 8 đến 11), $\text{H}_2\text{N-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH}_2$ (Ví dụ so sánh 12), $\text{H}_2\text{N-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH}_2$ (Ví dụ so sánh 13), $\text{H}_2\text{N-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-NH}_2$ (Ví dụ so sánh 14), hoặc $\text{HOOC-C}_2\text{H}_4\text{-NH-C}_2\text{H}_4\text{-COOH}$ (Ví dụ so sánh 15).

Theo sáng chế, độ bền trong thời gian gia nhiệt tổng của dung dịch mạ vàng không dùng điện loại thay thế-khử là lâu hơn so với các giải pháp đã biết. Do đó, ô xử lý trở nên rộng hơn, và tần suất thay mới dung dịch mạ có thể được làm giảm. Do đó, dung dịch mạ vàng không dùng điện loại thay thế-khử được sử dụng rộng rãi trong lĩnh vực sản xuất các linh kiện điện/điện tử hoặc các thiết bị tương tự.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Dung dịch mạ vàng không dùng điện bao gồm: muối vàng xyanua (a); tác nhân tạo phức (b); hợp chất aldehyt (c); và hợp chất amin (d),

trong đó hợp chất amin (d) được tạo ra từ một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm N-etyletyldiamin, N-butyletyldiamin, N-metyl-1,3-diaminopropan, 2-(metylamin) etanol, 3-(metylamin)-1-propanol, 3-metylamin-1,2-propandirol, 2-(etylamin) etanol, 2-(propylamin) etanol, 2-(butylamin) etanol, 2-(2-aminoetylamin) etanol, 2-[(3-aminopropyl) amino] etanol, bis(2-aminoetyl) amin, N-(2-aminoetyl)-1,3-propandiamin, 3,3'-diaminodipropylamin, bis(2-hydroxyetyl) amin, diisopropanolamin, và bis(2-metoxetyl) amin, và

trong đó tỷ lệ mol giữa hợp chất aldehyt (c) và hợp chất amin (d), (c) : (d) là từ 1 : 0,1 đến 1 : 20.

2. Dung dịch mạ vàng không dùng điện theo điểm 1, trong đó muối vàng xyanua (a) được tạo ra từ một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm vàng natri xyanua, vàng kali xyanua, vàng amoni xyanua, natri tetraxynoaurat, kali tetraxynoaurat, và amoni tetraxynoaurat.

3. Dung dịch mạ vàng không dùng điện theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tác nhân tạo phức (b) được tạo ra từ một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm natri xyanua, kali xyanua, amoni xyanua, natri thioxyanat, kali thioxyanat, amoni thioxyanat, natri xyanat, kali xyanat, và amoni xyanat.

4. Dung dịch mạ vàng không dùng điện theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hợp chất aldehyt (c) là formaldehyt.

5. Dung dịch cấp B được bổ sung khi dung dịch mạ vàng không dùng điện theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4 được duy trì trong điều kiện gia nhiệt, dung dịch cấp này chứa hợp chất aldehyt (c') và hợp chất amin (d'),

trong đó hợp chất amin (d') được tạo ra từ một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm N-etyletylenđiamin, N-butyletylenđiamin, N-metyl-1,3-diaminopropan, 2-(metylamin) etanol, 3-(metylamin)-1-propanol, 3-metylamin-1,2-propandi-ol, 2-(etylamin) etanol, 2-(propylamin) etanol, 2-(butylamin) etanol, 2-(2-aminoetylamin) etanol, 2-[(3-aminopropyl) amino] etanol, bis(2-aminoetyl) amin, N-(2-aminoetyl)-1,3-propandi-amin, 3,3'-diaminodipropylamin, bis(2-hydroxyetyl) amin, diisopropanolamin, và bis(2-metoxetyl) amin, và

trong đó tỷ lệ mol giữa hợp chất aldehyt (c') và hợp chất amin (d'), (c') : (d') là từ 1 : 0,1 đến 1 : 10.

6. Phương pháp sản xuất màng phủ vàng để tạo ra màng phủ vàng trên kim loại là đồng, hợp kim đồng, niken, hợp kim niken, paladi, hợp kim paladi, bạc, hợp kim bạc, vàng, hoặc hợp kim vàng sử dụng dung dịch mạ vàng không dùng điện theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó màng phủ vàng được tạo ra trong khi dung dịch cấp A chứa tác nhân tạo phức và dung dịch cấp B theo điểm 5 được cấp riêng biệt.

7. Phương pháp sản xuất màng phủ vàng theo điểm 6, trong đó tác nhân tạo phức được tạo ra từ một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm natri xyanua, kali xyanua, amoni xyanua, natri thioxyanat, kali thioxyanat, amoni thioxyanat, natri xyanat, kali xyanat, và amoni xyanat.