



(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)



1-0031103

(51)⁷ C23C 18/34; H01L 21/288; H05K 3/18; (13) B
H01L 21/768; H01L 23/522; H01L
23/532; H01L 21/28; H01L 21/3205

(21) 1-2019-04734

(22) 21/06/2018

(86) PCT/JP2018/023631 21/06/2018

(87) WO 2019/004057 03/01/2019

(30) 2017-126053 28/06/2017 JP

(45) 25/02/2022 407

(43) 25/06/2020 387ASC

(73) Kojima Chemicals Co., Ltd. (JP)

337-26 Kashiwabara, Sayama-shi, Saitama 3501335, Japan

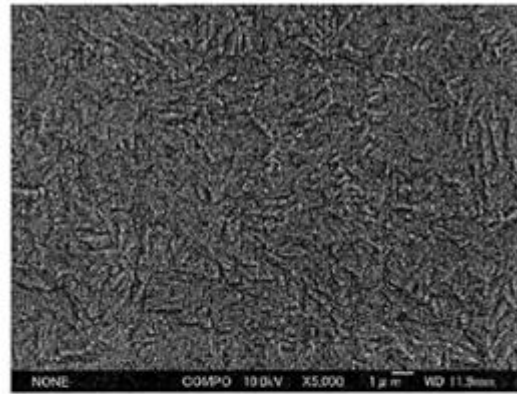
(72) KATO, Tomohito (JP); WATANABE, Hideto (JP).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

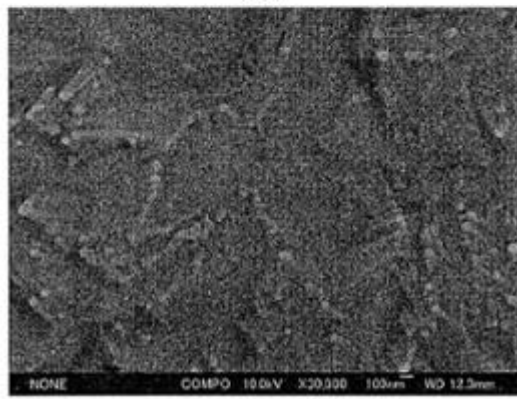
(54) DUNG DỊCH MẠ LÓT NIKEN KHÔNG ĐIỆN VÀ PHƯƠNG PHÁP TẠO
THÀNH MÀNG NIKEN

(57) Sáng chế đề cập đến dung dịch mạ niken không điện mà có thể tạo thành màng niken mà có thể phủ chắc chắn bề mặt của vật liệu đồng ngay cả khi độ dày màng là mỏng, và phương pháp tạo thành màng niken bằng cách sử dụng dung dịch mạ niken không điện này. Để giải quyết các vấn đề nêu trên, dung dịch mạ lót niken không điện được sử dụng để tạo thành màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng chứa: muối niken tan trong nước ở nồng độ nằm trong khoảng từ 0,002 đến 1 g/L niken; một hoặc nhiều axit carboxylic hoặc muối của chúng; và một hoặc nhiều chất khử được chọn từ nhóm bao gồm dimetylamin boran, trimetylamin boran, hydrazin và dẫn xuất của hydrazin.

(a)



(b)



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến dung dịch mạ lót niken không điện được sử dụng để tạo thành màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng, và phương pháp tạo thành màng niken bằng cách sử dụng dung dịch này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong những năm gần đây, có nhu cầu ngày càng tăng về các thiết bị điện tử có chức năng cao hơn và đa năng hơn, nhưng cũng đòi hỏi các bảng mạch điện tử như nền nhựa, nền gốm và nền lát, mà được sử dụng trong các thiết bị điện tử này phải nhẹ hơn, mỏng hơn, ngắn hơn và nhỏ hơn nữa. Để đáp ứng xu hướng nhẹ hơn, mỏng hơn, ngắn hơn và nhỏ hơn này, mật độ gắn các bộ phận điện tử cao là cần thiết, và do đó công nghệ xử lý bề mặt được yêu cầu mà có thể đạt được việc gắn mật độ cao các bộ phận điện tử. Ngoài ra, trong lĩnh vực công nghệ về bảng mạch điện, công nghệ gắn sử dụng chất hàn hoặc nối dây đã được thiết lập làm công nghệ để nối các thành phần đã được gắn.

Đối với mục đích đảm bảo độ an toàn kết nối tại thời điểm gắn, phương pháp xử lý mạ được tiến hành dưới dạng xử lý bề mặt, trên tấm dây dẫn mà là phần gắn của kiểu mạch trên bảng mạch điện tử. Ví dụ, màng niken và màng vàng được tạo thành liên tiếp bằng phương pháp xử lý mạ, trên kiểu mạch mà được tạo thành từ kim loại điện trở thấp như đồng. Sau đây, màng được tạo thành từ màng niken và màng vàng mà đã lần lượt được tạo thành sẽ được mô tả là "màng Ni/Au". Màng niken được tạo thành là để ngăn chặn sự khuếch tán của đồng vào màng vàng, và màng vàng được tạo thành là để thu được các đặc tính gắn thích hợp.

Ngoài ra, công nghệ tạo màng paladi ở giữa màng niken và màng vàng cũng đã biết đến. Sau đây, màng được tạo thành từ màng niken, màng paladi và màng vàng mà đã lần lượt được tạo thành sẽ được mô tả là "màng Ni/Pd/Au". Màng paladi được tạo thành để ngăn chặn niken khỏi khuếch tán vào màng vàng khi nền đã mạ được xử lý

nhiệt. Khi màng paladi được tạo thành trên màng niken, thì nó sẽ có khả năng làm mỏng màng niken.

Quy trình mạ điện là phương pháp mạ được mô tả ở trên và là xu hướng chủ đạo, nhưng quy trình mạ không điện được sử dụng cho những loại mạ quy trình mạ điện không thể giải quyết được.

Thông thường, đã bộc lộ công nghệ tạo thành màng Ni/Pd/Au trên bề mặt của đồng là quy trình mạ không điện, ví dụ, trong tài liệu sáng chế 1, mà hấp phụ chất xúc tác paladi lên bề mặt của vật liệu đồng mà đã được cho xử lý sơ bộ như tẩy nhòen và khắc mòn, và sau đó tiến hành mạ niken không điện, mạ paladi không điện và mạ vàng không điện. Trong phương pháp mạ niken không điện, dung dịch mạ niken không điện được sử dụng mà chứa niken sulfat hexahydrat có nồng độ là 22,5 g/L (5 g/L niken), natri hypophosphit là chất khử, và axit malic và axit suxinic là chất tạo phức, cũng chứa muối chì, muối bismut, hợp chất lưu huỳnh và/hoặc chất tương tự như chất ổn định, và có độ pH được điều chỉnh đến 4,6 và nhiệt độ bể được điều chỉnh đến nằm trong khoảng từ 60 đến 90°C. Được mô tả rằng thay vì natri hypophosphit, dimetylamin boran có thể được sử dụng làm chất khử. Ngoài ra, được mô tả rằng màng niken có độ dày màng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 15 μm , màng paladi có độ dày màng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 2 μm , và màng vàng có độ dày màng nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1 μm được tạo thành trên bề mặt của vật liệu đồng bằng quy trình mạ không điện được mô tả trên đây.

Để đạt được mật độ gắn các bộ phận điện tử trong màng Ni/Au hoặc màng Ni/Pd/Au cao hơn nữa, thì mong muốn làm mỏng màng niken hơn nữa.

Danh sách tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1 Đơn sáng chế Nhật Bản số 2008-174774

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Tuy nhiên, khi màng niken có độ dày màng của nó là, ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 0,01 μm được tạo thành bằng việc sử dụng dung dịch mạ niken không điện được mô tả trên đây, có trường hợp trong đó sự bao phủ trở nên không đủ và vùng siêu mịn không lắng đọng (lỗ) được tạo thành trên bề mặt màng niken. Sau đó, khi quá trình mạ vàng không điện tiếp theo (S17) được tiến hành, có trường hợp trong đó vùng siêu mịn không lắng đọng bị ăn mòn và tạo thành lỗ xuyên mà xuyên qua màng niken (hiện tượng ăn mòn cục bộ niken). Trong trường hợp đó, màng Ni/Au hoặc màng Ni/Pd/Au có nhược điểm là có thể không đạt được các đặc tính gắn ưu việt.

Mục đích của sáng chế là đề xuất dung dịch mạ niken không điện mà có thể tạo thành màng niken để có thể phủ chắc chắn bề mặt của vật liệu đồng ngay cả khi độ dày màng là mỏng, và phương pháp tạo thành màng niken bằng cách sử dụng dung dịch mạ niken không điện này.

Giải pháp cho vấn đề

Dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế là dung dịch mạ lót niken không điện được sử dụng để tạo thành màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng, và bao gồm muối niken tan trong nước ở nồng độ nằm trong khoảng từ 0,002 đến 1 g/L niken, một hoặc nhiều axit carboxylic hoặc muối của chúng, và một hoặc nhiều chất khử được chọn từ nhóm bao gồm dimetylamin boran, trimetylamin boran, hydrazin và dẫn xuất của hydrazin.

Trong dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế, tốt hơn nếu axit carboxylic là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm axit monocarboxylic, axit dicarboxylic, axit tricarboxylic, axit hydroxydicarboxylic, axit hydroxytricarboxylic, axit carboxylic thơm, axit oxocarboxylic và axit amin.

Trong dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế, tốt hơn nếu axit monocarboxylic là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm axit formic, axit axetic, axit propionic và axit butyric.

Trong dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế, tốt hơn nếu axit dicarboxylic là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm axit oxalic, axit malonic, axit succinic, axit gluconic, axit adipic, axit fumaric và axit maleic.

Trong dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế, tốt hơn nếu axit tricarboxylic là axit aconitic.

Trong dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế, tốt hơn nếu axit hydroxydicarboxylic là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm axit lactic và axit malic.

Trong dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế, tốt hơn nếu axit hydroxytricarboxylic là axit citric.

Trong dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế, tốt hơn nếu axit carboxylic thơm là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm axit benzoic, axit phthalic và axit salicylic.

Trong dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế, tốt hơn nếu axit oxocarboxylic là axit pyruvic.

Trong dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế, tốt hơn nếu axit amin là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm arginin, asparagin, axit aspartic, cysteine, axit glutamic và glycine.

Tốt hơn nếu dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế được điều chế bằng cách trộn và khuấy muối niken tan trong nước, axit carboxylic hoặc muối của chúng và nước để điều chế dung dịch nước chứa phức niken, sau đó trộn chất khử vào dung dịch nước này, và khuấy hỗn hợp.

Phương pháp tạo thành màng niken theo sáng chế là phương pháp tạo thành màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng, và bao gồm bước tạo thành màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng bằng phương pháp mạ lót không điện sử dụng dung dịch mạ lót niken không điện.

Trong phương pháp tạo thành màng niken theo sáng chế, tốt hơn nếu độ pH của dung dịch mạ lót niken không điện này được điều chỉnh đến nằm trong khoảng từ 6 đến 10 và nhiệt độ bể của chúng được điều chỉnh đến nằm trong khoảng từ 20 đến 55°C.

Tốt hơn nếu phương pháp tạo thành màng niken theo sáng chế tạo thành màng niken có độ dày màng của chúng nằm trong khoảng từ 0,005 đến 0,3 μm .

Hiệu quả có lợi của sáng chế

Nhờ dung dịch mạ lót niken không điện và phương pháp tạo thành màng niken theo sáng chế, có thể thu được màng niken mà có thể phủ chắc chắn bề mặt của vật liệu đồng ngay cả khi độ dày của màng là mỏng, bằng cách tạo thành trực tiếp màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng được xử lý sơ bộ bằng phương pháp mạ lót không điện.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là ảnh chụp SEM của màng niken thu được bởi dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1.

Fig.2 là ảnh chụp SEM của màng niken thu được bởi dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1.

Fig.3 là ảnh chụp SEM của màng niken thu được bởi dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 2.

Fig.4 là đồ thị thể hiện kết quả quá trình điện phân các màng niken thu được ở ví dụ 1 và ví dụ so sánh 1, tại điện thế thấp.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, các phương án về dung dịch mạ lót niken không điện và phương pháp tạo thành màng niken bằng cách sử dụng dung dịch theo sáng chế sẽ được mô tả.

1. Dung dịch mạ lót niken không điện

Dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế được sử dụng để tạo thành màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng, và chứa muối niken tan trong nước ở nồng độ nằm trong khoảng từ 0,002 đến 1 g/L niken, một hoặc nhiều axit carboxylic hoặc muối của chúng, và một hoặc nhiều chất khử được chọn từ nhóm bao gồm dimetylamin boran, trimetylamin boran, hydrazin và dẫn xuất của hydrazin. Trong bản mô tả này, "một hoặc nhiều" có nghĩa là có thể chỉ có một, hoặc có hai hoặc nhiều hơn.

Muối niken tan trong nước:

Các ví dụ về muối niken tan trong nước được sử dụng trong dung dịch mạ lót niken không điện bao gồm niken sulfat, niken clorua, niken cacbonat, và các muối niken của axit hữu cơ như niken axetat, niken hypophosphit, niken sulfamat và niken xitrat. Các chất này có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc kết hợp của hai hoặc nhiều chất. Theo sáng chế, được ưu tiên nhất là sử dụng niken sulfat hexahydrat dưới dạng muối niken tan trong nước.

Dung dịch mạ lót niken không điện này chứa muối niken tan trong nước nằm trong khoảng từ 0,002 đến 1 g/L niken. Hàm lượng nằm trong khoảng nêu trên là nhỏ hơn hoặc bằng 1/5 lần nồng độ niken là 5 g/L trong dung dịch mạ niken không điện theo công nghệ thông thường, và được coi là nồng độ thấp. Dung dịch mạ lót niken không điện này có thể đạt được phương pháp mạ lót niken không điện thích hợp nếu hàm lượng niken của muối niken tan trong nước nằm trong khoảng nêu trên.

Không tốt nếu hàm lượng của muối niken tan trong nước nhỏ hơn 0,002 g/L niken, bởi vì tốc độ lắng đọng trở nên quá thấp, và do đó cần phải kéo dài thời gian nhúng để thu được màng niken có độ dày màng mong muốn, mà không thể thỏa mãn yêu cầu về năng suất trong công nghiệp. Mặt khác, không tốt nếu hàm lượng của muối niken tan trong nước vượt quá 1 g/L niken, vì tốc độ lắng đọng trở nên quá cao, và có trường hợp trong đó không thể thu được màng niken có các tính chất bề mặt thích hợp. Được ưu tiên hơn là hàm lượng niken của muối niken tan trong nước nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,5 g/L, và được ưu tiên nhất là nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,1 g/L.

Axit carboxylic hoặc muối của chúng:

Dung dịch mạ lót niken không điện chứa axit carboxylic hoặc muối của chúng. Chúng hoạt động như là các chất tạo phức và các chất điều chỉnh độ pH. Là axit carboxylic, một hoặc nhiều loại có thể được sử dụng mà được chọn từ: axit monocarboxylic (axit formic, axit axetic, axit propionic, axit butyric và loại tương tự); axit dicarboxylic (axit oxalic, axit malonic, axit succinic, axit gluconic, axit adipic, axit fumaric, axit maleic và loại tương tự); axit tricarboxylic (axit aconitic và loại tương tự); axit hydroxydicarboxylic (axit lactic và axit malic); axit hydroxytricarboxylic (axit citric), axit carboxylic thơm (axit benzoic, axit phthalic, axit salicylic và loại tương tự); axit oxocarboxylic (axit pyruvic và loại tương tự); và axit amin (arginin, asparagin, axit aspartic, cystein, axit glutamic, glyxin và loại tương tự).

Tốt hơn nếu sử dụng axit carboxylic hoặc muối của chúng nằm trong khoảng tổng cộng từ 0,5 đến 5 g/L, và được ưu tiên hơn là sử dụng axit carboxylic hoặc muối của chúng nằm trong khoảng từ 0,8 đến 2 g/L. Trong dung dịch mạ lót niken không điện theo phương án của sáng chế, hàm lượng niken là thấp hơn hàm lượng niken của dung dịch mạ niken không điện theo công nghệ thông thường, và do đó hàm lượng axit carboxylic hoặc muối của chúng được đặt ở mức thấp. Không tốt nếu hàm lượng axit carboxylic hoặc muối của chúng nhỏ hơn 0,5 g/L, mặc dù phụ thuộc vào loại, vì nó sẽ không đủ để ion niken trong dung dịch mạ lót niken không điện tạo thành phức, và kết tủa xảy ra ngẫu nhiên. Mặt khác, cũng không tốt nếu hàm lượng axit carboxylic hoặc muối của chúng vượt quá 5 g/L, bởi vì không chỉ không thể đạt được tác dụng cụ thể mà còn lãng phí nguồn nguyên liệu.

Chất khử:

Dung dịch mạ lót niken không điện này chứa một hoặc nhiều chất khử được chọn từ nhóm bao gồm dimethylamin boran, trimethylamin boran, hydrazin và dẫn xuất của hydrazin. Dung dịch mạ lót niken không điện này có thể đạt được sự lắng đọng niken trên bề mặt của vật liệu đồng mà chất xúc tác paladi không được hấp thụ, bằng cách sử dụng các chất này làm chất khử. Dựa trên quan điểm về độ an toàn đối với cơ thể người, dimethylamin boran và trimethylamin boran được ưu tiên hơn.

Tốt hơn nếu sử dụng chất khử nằm trong khoảng từ 2 đến 10 g/L, và tốt hơn nữa nếu sử dụng chất này nằm trong khoảng từ 4 đến 8 g/L. Không tốt nếu hàm lượng của chất khử được mô tả trên đây thấp hơn 2 g/L, vì có trường hợp trong đó không thể đạt được phản ứng khử đủ và sự lắng đọng niken trên bề mặt đồng không diễn ra. Không tốt nếu hàm lượng chất khử được mô tả trên đây vượt quá 10 g/L, vì có trường hợp trong đó niken lắng đọng trên bề mặt khác (sự lắng đọng niken bất thường) bề mặt đồng (bề mặt của vật liệu nền cách điện), hoặc sự phân hủy của bể dung dịch mạ lót niken không điện xảy ra.

Dung dịch mạ lót niken không điện được điều chế bằng cách trộn các thành phần được mô tả trên đây với nước, khuấy hỗn hợp này và hòa tan các thành phần. Tốt hơn nữa nếu dung dịch mạ lót niken không điện được điều chế bằng cách trộn và khuấy muối niken tan trong nước được mô tả trên đây, axit carboxylic hoặc muối của chúng được mô tả trên đây, và nước để điều chế dung dịch nước chứa phức niken, sau đó trộn chất khử được mô tả trên đây vào dung dịch nước, và khuấy hỗn hợp này. Do đó, trong dung dịch mạ lót niken không điện được điều chế, phức niken có thể tồn tại ổn định trong khoảng thời gian dài, và có thể đạt được độ ổn định bề ưu việt.

Ngoài các thành phần được mô tả trên đây, dung dịch mạ lót niken không điện này có thể chứa các thành phần như sulfat, axit boric và muối clorua.

Như đối với dung dịch mạ lót niken không điện theo phương án của sáng chế, hàm lượng của muối niken tan trong nước là thấp nằm trong khoảng từ 0,002 đến 1 g/L, và do đó có thể kéo dài tuổi thọ của dung dịch này thậm chí không cần sử dụng chất ổn định như muối chì hoặc muối bismut, không giống như dung dịch mạ niken không điện theo công nghệ thông thường. Ngoài ra, dung dịch mạ lót niken không điện được mô tả trên đây không chứa chất ổn định như muối chì và muối bismut, và do đó có thể thu được màng niken mà không chứa kim loại nặng như chì và bismut.

2. Phương pháp tạo thành màng niken

Phương pháp tạo thành màng niken theo phương án của sáng chế là phương pháp tạo thành màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng, và bao gồm bước tạo thành

màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng với việc sử dụng dung dịch mạ lót niken không điện được mô tả trên đây, bằng phương pháp mạ lót không điện.

Vật liệu đồng được đưa vào xử lý sơ bộ, trước khi được đưa vào phương pháp mạ lót niken không điện. Các ví dụ về vật liệu đồng này bao gồm: điện cực hoặc dây điện mà được tạo thành từ đồng hoặc hợp kim đồng và được bố trí trên bề mặt của vật liệu nền cách điện như nền nhựa, nền gốm và nền lát; và tấm đồng mà được tạo thành từ đồng hoặc hợp kim đồng. Quá trình xử lý sơ bộ có thể được tiến hành bằng phương pháp đã biết: và được tiến hành, ví dụ, bằng: bước tẩy nhẵn bằng dung dịch axit; khắc mòn để loại bỏ màng oxit đồng bằng dung dịch khắc mòn như dung dịch gốc persulfat, dung dịch gốc hydro peroxit và dung dịch gốc thiol; và khử vết nhô để loại bỏ vết nhô bằng axit sulfuric 10%.

Trong phương pháp mạ niken không điện thông thường, phương pháp xử lý hấp phụ chất xúc tác paladi lên bề mặt của vật liệu đồng được tiến hành theo phương pháp xử lý sơ bộ được mô tả trên đây. Ngược lại với điều này, trong phương pháp tạo thành màng niken theo phương án của sáng chế, phương pháp xử lý hấp phụ chất xúc tác paladi là không cần thiết.

Sau đó, phương pháp mạ lót niken không điện này được tiến hành bằng cách nhúng vật liệu đồng đã xử lý sơ bộ vào trong dung dịch mạ lót niken không điện được mô tả trên đây. Để đạt được phương pháp mạ lót niken không điện, tốt hơn nếu dung dịch mạ lót niken không điện này được điều chỉnh sao cho độ pH nằm trong khoảng từ 6 đến 10 và nhiệt độ bể nằm trong khoảng từ 20 đến 55°C.

Không tốt nếu độ pH của dung dịch mạ lót niken không điện được mô tả trên đây thấp hơn 6, bởi vì tốc độ lắng đọng của niken giảm và tính chất tạo thành của màng niken kém hơn, và các lỗ rỗng và các vùng siêu mịn không lắng đọng (lỗ) được tạo thành ngẫu nhiên trên bề mặt của màng niken. Mặt khác, không tốt nếu độ pH vượt quá 10, vì có trường hợp trong đó tốc độ lắng đọng của niken trở nên quá cao, làm cho khó kiểm soát độ dày màng của màng niken, và trạng thái kết tinh của niken lắng đọng có thể không đặc hơn.

Nhiệt độ bể được mô tả trên đây của dung dịch mạ lót niken không điện là giá trị thấp hơn nhiệt độ bể nằm trong khoảng từ 60 đến 90°C trong dung dịch mạ niken không điện của công nghệ thông thường. Không tốt nếu nhiệt độ bể thấp hơn 20°C, bởi vì tốc độ lắng đọng của niken giảm, tính chất tạo thành màng niken kém hơn, và có trường hợp trong đó các lỗ rỗ và các vùng siêu mịn không lắng đọng (lỗ) được tạo thành trên bề mặt của màng niken, hoặc không xảy ra quá trình lắng đọng niken. Mặt khác, không tốt nếu nhiệt độ bể vượt quá 55°C, bởi vì độ ổn định bể của dung dịch mạ lót niken không điện giảm, và phương pháp mạ lót không điện này không thể ngẫu nhiên đạt được.

Trong phương pháp tạo thành màng niken theo phương án của sáng chế, một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm dimethylamin boran, trimethylamin boran, hydrazin và dẫn xuất của hydrazin mà được chứa trong dung dịch mạ lót niken không điện hoạt động như chất khử. Bởi vì điều này, phương pháp này có thể làm lắng đọng niken trực tiếp trên bề mặt của vật liệu đồng được xử lý sơ bộ, thay vì thực tế là chất xúc tác paladi không được hấp thụ trên bề mặt của vật liệu đồng, không giống như mạ niken không điện thông thường. Ngoài ra, hàm lượng niken của dung dịch mạ lót niken không điện thấp; và ngoài ra, độ pH được điều chỉnh đến nằm trong khoảng từ 6 đến 10, và nhiệt độ bể được điều chỉnh đến nằm trong khoảng từ 20 đến 55°C. Theo đó, tốc độ lắng đọng của niken có thể giảm, phương pháp mạ lót niken không điện này có thể đạt được, và màng niken có thể được tạo thành trên bề mặt của vật liệu đồng. Tại thời điểm này, tốc độ lắng đọng của niken thấp, do đó có thể lắng đọng đồng đều niken trên bề mặt của vật liệu đồng, và kết quả là, có thể tạo thành màng niken mà đồng đều về độ dày màng, chắc chắn là có thể phủ bề mặt của vật liệu đồng ngay cả khi độ dày màng là mỏng, và ưu việt về độ bám vào vật liệu đồng và các tính chất rào cản. Do đó, có thể đạt được việc làm mỏng màng niken. Màng niken thu được ưu việt về độ bám vào vật liệu đồng và ưu việt về các tính chất rào cản, tức là, ngăn chặn sự khuếch tán của đồng.

Ngược lại với điều này, trong phương pháp mạ niken không điện theo công nghệ thông thường, paladi mà đã được hấp phụ trên bề mặt của vật liệu đồng hoạt động như là chất xúc tác, và quá trình lắng đọng niken diễn ra. Bởi vì điều này, các biến đổi về độ dày màng của màng niken mà được tạo thành xảy ra giữa vùng trong đó chất xúc tác paladi được hấp phụ và vùng trong đó chất xúc tác paladi không được hấp phụ, trên bề mặt của vật liệu đồng, và khó thu được màng niken có độ dày màng đồng đều.

Trong phương pháp tạo thành màng niken theo phương án của sáng chế, khi dimethylamin boran hoặc trimethylamin boran được sử dụng làm chất khử mà được chứa trong dung dịch mạ lót niken không điện, có thể thu được lớp mạ niken được tạo thành từ hợp kim của niken và bo (hợp kim niken-bo). Màng niken này chứa lượng bo rất nhỏ (ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 0,1%), và là màng niken mà về cơ bản là được tạo thành từ niken nguyên chất. Ngoài ra, khi hydrazin hoặc dẫn xuất của hydrazin được sử dụng làm chất khử, có thể thu được lớp mạ niken được tạo thành từ niken nguyên chất.

Độ dày màng của màng niken được điều chỉnh bởi thời gian nhúng trong dung dịch mạ lót niken không điện. Tốt hơn nếu độ dày màng của màng niken là mỏng nhất có thể nằm trong khoảng mà có thể ngăn ngừa sự khuếch tán đồng, nhưng theo phương pháp tạo thành màng niken theo phương án của sáng chế, có thể đạt được độ dày màng nằm trong khoảng từ 0,005 đến 0,3 μm . Khi độ dày màng của màng niken nhỏ hơn 0,005 μm , có trường hợp trong đó nó trở nên không đủ để phủ bề mặt của vật liệu đồng, và các vùng siêu mịn không lắng đọng được tạo thành trên bề mặt của màng niken. Trong trường hợp này, có trường hợp trong đó hiện tượng ăn mòn cục bộ niken xảy ra khi bước mạ vàng không điện tiếp theo được tiến hành, và đồng và niken khuếch tán vào bề mặt của màng vàng, là không tốt. Mặt khác, có thể tạo thành màng niken có độ dày màng vượt quá 0,3 μm , nhưng không tốt bởi vì độ mềm dẻo của màng niken kém hơn, và bên cạnh đó, còn lãng phí nguồn nguyên liệu. Ngoài ra, để đạt được việc làm mỏng màng trong khi vẫn đảm bảo các đặc tính gắn tốt, tốt hơn nữa nếu độ dày màng của màng niken mà được tạo thành bằng phương pháp tạo thành màng niken theo phương án của sáng chế là nằm trong khoảng từ 0,007 đến 0,1 μm .

Ngoài ra, có thể thu được màng Ni/Au hoặc màng Ni/Pd/Au bằng cách tạo thành màng paladi hoặc màng vàng trên bề mặt của màng niken mà thu được bằng phương pháp tạo thành theo phương án của sáng chế, ví dụ, bằng phương pháp mạ không điện. Là phương pháp mạ không điện, phương pháp mạ không điện loại thể và phương pháp mạ không điện loại khử là đã biết. Tuy nhiên, khi màng paladi hoặc màng vàng được tạo thành bằng phương pháp mạ không điện loại thể, có trường hợp trong đó hiện tượng ăn mòn cục bộ niken xảy ra, cụ thể là, hiện tượng trong đó niken tan ra và lỗ xuyên xuyên qua màng niken được tạo thành xảy ra. Bởi vì điều này, tốt hơn nếu tạo thành màng paladi hoặc màng vàng, bằng phương pháp mạ không điện loại khử.

Như được mô tả trên đây, màng niken mà được tạo thành bằng phương pháp tạo thành theo phương án của sáng chế là đồng đều về độ dày màng và ưu việt về độ láng mịn, và do đó có thể tạo thành màng paladi và màng vàng có độ dày màng đồng đều, mà được tạo thành trên màng niken. Ngoài ra, màng niken là ưu việt về độ bám vào vật liệu đồng và ưu việt về các tính chất rào cản để ngăn ngừa sự khuếch tán của đồng, và do đó màng Ni/Au hoặc màng Ni/Pd/Au có thể đạt được các đặc tính gần ưu việt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ở đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dựa vào các ví dụ và tương tự.

Ví dụ 1

Trong ví dụ này, đầu tiên, bước tẩy nhờn, khắc mòn và khử vết nhô được tiến hành trên vật liệu đồng là xử lý sơ bộ. Tiếp theo, phương pháp mạ lót niken không điện được sử dụng cho vật liệu đồng được khử vết nhô, và màng niken có độ dày màng là 0,01 μm được tạo thành trên bề mặt của vật liệu đồng. Trong phương pháp mạ lót niken không điện, vật liệu đồng được nhúng trong dung dịch mạ lót niken không điện có thành phần sau đây. Dung dịch mạ lót niken không điện này được điều chế bằng cách trộn và khuấy niken sulfat hexahydrat, axit DL-malic và nước để điều chế dung dịch nước chứa phức niken, sau đó bổ sung dimetylamin boran, và khuấy hỗn hợp này. Trong khi vật liệu đồng được nhúng trong dung dịch mạ lót niken không điện, dung dịch mạ lót niken không điện này được khuấy bằng sự sục khí.

Dung dịch mạ lót niken không điện

Niken sulfat hexahydrat 0,2 g/L (0,045 g/L niken)

Axit DL-malic 1,0 g/L

Dimetylamin boran 4,0 g/L

pH 9,0

Nhiệt độ bể 50°C

Sau đó, bước mạ paladi không điện (S5) được tiến hành. Vật liệu đồng mà màng niken được tạo thành trên đó được nhúng trong dung dịch mạ không điện loại khử có thành phần sau đây, và màng paladi được tạo thành trên bề mặt của màng niken.

Dung dịch mạ paladi không điện loại khử

Paladi clorua 0,038 mol/L

Etylendiamin 0,142 mol/L

Natri format 0,294 mol/L

pH 6,0

Nhiệt độ bể 70°C

Sau đó, vật liệu đồng mà màng paladi được tạo thành trên đó được nhúng trong dung dịch mạ vàng không điện loại khử có thành phần sau đây, và màng vàng được tạo thành trên bề mặt của màng paladi. Bằng các bước trên đây, màng Ni/Pd/Au được tạo thành trên bề mặt của vật liệu đồng.

Dung dịch mạ vàng không điện loại khử

Vàng kali xyanit 5 mmol/L

Dikali etylendiamintetraaxetat 0,03 mol/L

Axit xitric 0,15 mol/L

Hexametylentetramin 3 mmol/L

3,3'-Diamino-N-metyldipropylamin 0,02 mol/L

Tali axetat 5 mg/L

pH 8,5

Nhiệt độ bể 80°C

Ví dụ 2

Trong ví dụ này, màng niken được tạo thành chính xác theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ dung dịch mạ lót niken không điện có thành phần sau đây được điều chế. Dung dịch mạ lót niken không điện này được điều chế bằng cách trộn và khuấy niken sulfat hexahydrat, axit carboxylic và nước để điều chế dung dịch nước chứa phức niken, sau đó bổ sung dimetylamin boran, và khuấy hỗn hợp này. Là axit carboxylic, một hoặc hai axit carboxylic được chọn từ nhóm bao gồm axit axetic, axit formic, axit malonic, axit oxalic, axit malic, axit xitric và glyxin. Khi hai axit carboxylic được sử dụng, một axit mà có lượng bổ sung lớn hơn được xác định là axit carboxylic chính, và axit còn lại mà có lượng bổ sung nhỏ hơn được xác định là axit carboxylic thứ cấp.

Dung dịch mạ lót niken không điện

Niken sulfat hexahydrat 0,2 g/L (0,045 g/L niken)

Một hoặc hai axit carboxylic có tổng lượng là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 3,0 g/L

Dimetylamin boran 4,0 g/L

pH 9,0

Nhiệt độ bể 50°C

Ví dụ 3

Trong ví dụ này, dung dịch mạ lót niken không điện được điều chế mà chứa cùng lượng của cùng thành phần như thành phần trong dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1. Trong ví dụ này, phương pháp điều chế là khác với phương pháp điều

chế dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1, và dung dịch mạ lót niken không điện mà là dung dịch nước chứa phức niken được điều chế bằng cách trộn niken sulfat hexahydrat, axit DL-malic, dimetylamin boran và nước, và khuấy hỗn hợp này.

Ví dụ so sánh

Ví dụ so sánh 1

Trong ví dụ so sánh này, màng niken được tạo thành theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ dung dịch mạ niken không điện có thành phần sau đây được sử dụng thay vì dung dịch mạ lót niken không điện, và sau đó màng paladi và màng vàng được tạo thành. Tuy nhiên, dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh này không thể lắng đọng niken khi chất xúc tác paladi không được hấp phụ trên bề mặt của vật liệu đồng, do đó vật liệu đồng này được nhúng trong dung dịch chứa chất xúc tác paladi trước khi được nhúng trong dung dịch mạ niken không điện, và chất xúc tác paladi này được hấp phụ trên bề mặt của vật liệu đồng.

Dung dịch mạ niken không điện

Niken sulfat hexahydrat 22,4 g/L (5 g/L niken)

Axit DL-malic 15 g/L

Axit lactic 18 g/L

Natri hypophosphit 30 g/L

pH 4,5

Nhiệt độ bể 80°C

Ví dụ so sánh 2

Trong ví dụ so sánh này, màng niken được tạo thành theo cách tương tự như trong ví dụ so sánh 2, ngoại trừ dung dịch mạ niken không điện có thành phần sau đây được sử dụng. Tuy nhiên, dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh này cũng không thể lắng đọng niken khi chất xúc tác paladi không được hấp phụ trên bề mặt của vật liệu đồng, tương tự như dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1, do đó

vật liệu đồng này được nhúng trong dung dịch chứa chất xúc tác paladi trước khi được nhúng trong dung dịch mạ niken không điện, và chất xúc tác paladi này được hấp thụ trên bề mặt của vật liệu đồng.

Dung dịch mạ niken không điện

Niken sulfat hexahydrat 22,4 g/L (5 g/L niken)

Axit glycolic 30 g/L

Axit axetic 15 g/L

Dimetylamin boran 2,5 g/L

pH 6,0

Nhiệt độ bể 60°C

Đánh giá

1. Đánh giá màng niken

Đầu tiên, màng niken mà được tạo thành bởi dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1 và dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1 và 2 được tiến hành đánh giá sau đây.

1-1. Tính chất lắng đọng niken

Ở đây, bảng kiểm tra được sử dụng trong đó 30 miếng đồng có đường kính 0,45 mm được sắp xếp trên vật liệu nền cách điện theo kiểu lưới với khoảng cách 30 μm . Sau đó, các màng niken có độ dày màng là 0,01 μm được tạo thành trên bề mặt của các miếng đồng, bằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1 và dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1 và 2.

Sau đó, các màng niken thu được này được quan sát bằng kính hiển vi luyện kim (độ phóng đại 1000 lần), và số lượng của các miếng đồng mà niken được lắng đọng bình thường trên đó được đếm. Ở đây, "niken được lắng đọng bình thường" có nghĩa là toàn bộ bề mặt của miếng đồng được phủ bằng màng niken, và phần không

được phủ không được xác nhận bằng kính hiển vi luyện kim. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1. Tiêu chí xác định ○ và △ trong bảng 1 là như sau.

○: Các miếng đồng mà niken được lắng đọng bình thường trên đó là 30 miếng.

△: Các miếng đồng mà niken được lắng đọng bình thường trên đó là nằm trong khoảng từ 15 đến 29 miếng.

Bảng 1

Ví dụ 1	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2
○	○	△

Như được thể hiện trong bảng 1, có thể hiểu rằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1 có thể luôn lắng đọng niken bình thường và ưu việt về tính chất lắng đọng niken. Mặt khác, có thể hiểu rằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1 có thể luôn lắng đọng niken bình thường, nhưng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 2 đôi khi không lắng đọng niken bình thường, và tính chất lắng đọng niken kém.

1-2. Hình thái bề mặt

Để đánh giá hình thái bề mặt của màng niken mà được tạo thành trên bề mặt của miếng đồng, bề mặt của màng niken được chụp hình bằng kính hiển vi quét điện tử (SEM) tại độ phóng đại 5000 lần và 30000 lần, và thu được hình ảnh kết cấu điện tử tán xạ ngược (hình ảnh COMPO). Các kết quả được thể hiện trên hình vẽ từ Fig.1 đến Fig.3. Fig.1 thể hiện hình ảnh COMPO của màng niken mà thu được bằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1; Fig.2 thể hiện hình ảnh COMPO của màng niken mà thu được bằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1; và Fig.3 thể hiện hình ảnh COMPO của màng niken mà thu được bằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 2. Độ phóng đại của Fig.1(a), Fig.2(a) và Fig.3(a) là 5000 lần, và độ phóng đại của Fig.1(b), Fig.2(b) và Fig.3(b) là 30000 lần.

Có thể khẳng định từ Fig.1 đến Fig.3 rằng màng niken thu được bằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1, có ít phần màu đen hơn so với các màng niken

thu được bằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1 và ví dụ so sánh 2. Phần đen này chỉ ra rằng các yếu tố như cacbon, mà số nguyên tử là nhỏ, tồn tại trên màng niken. Từ kết quả này, có thể hiểu rằng màng niken thu được bằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1 có ít khuyết điểm hơn và là màng chắc, so với màng niken thu được bằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1 và ví dụ so sánh 2. Ngoài ra, màng niken thu được bằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 2 thể hiện đặc biệt nhiều phần đen, và có thể hiểu từ kết quả này rằng màng niken có nhiều phần khuyết điểm và là màng không chắc.

Ngoài ra, có thể khẳng định rằng trong các màng niken thu được bằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1 và ví dụ so sánh 2, độ thô ráp của màng lớn, nhưng mặt khác, trong màng niken thu được bằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1, độ thô ráp của màng là mịn. Từ kết quả này, có thể hiểu rằng màng niken thu được bằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1 là ưu việt về độ láng mịn, so với màng niken thu được bằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1 và ví dụ so sánh 2. Ngoài ra, trong màng niken của ví dụ so sánh 2, độ thô ráp màng là lớn, và có thể hiểu từ kết quả này rằng màng niken có độ láng mịn kém.

Có thể hiểu từ phần mô tả trên đây rằng có thể thu được màng niken mà chắc và ưu việt về độ láng mịn, nhờ dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1, so với dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1 và ví dụ so sánh 2.

1-3. Phân tích yếu tố bề mặt

Màng niken mà được tạo thành trên bề mặt của miếng đồng được cho tiến hành phân tích yếu tố bề mặt bằng máy phân tích phổ học điện tử Auger. Như được mô tả trên đây, màng niken của ví dụ so sánh 2 có vẻ ngoài kém, và do đó chỉ màng niken của ví dụ 1 và ví dụ so sánh 1 được chọn đánh giá.

Màng niken được cho qua xử lý hồi lưu ba lần. Xử lý hồi lưu này được tiến hành bằng cách gia nhiệt sơ bộ màng niken ở nhiệt độ 230°C, và sau đó gia nhiệt màng tạo thành ở nhiệt độ 250°C. Việc phân tích yếu tố bề mặt được tiến hành trước khi màng niken được cho xử lý hồi lưu và sau khi màng niken được cho xử lý hồi lưu và sau đó

làm mát tự nhiên đến nhiệt độ bình thường. Đối với các điều kiện đo của phân tích yếu tố bề mặt, điện thế gia tốc được đặt là 10 kV, giá trị dòng dò được đặt là 10 nA, đường kính đo được đặt là 50 μm , và phạm vi quét được đặt là nằm trong khoảng từ 30 đến 2400 eV. Các kết quả được thể hiện trong bảng 2. Các giá trị số trong bảng 2 là các giá trị đã thu được bằng cách định lượng các yếu tố từ tỷ lệ cường độ đỉnh của phổ thu được (đơn vị: % nguyên tử). Dấu - trong bảng 2 nghĩa là yếu tố tương ứng chưa được phát hiện.

Bảng 2

	Số lượng hồi lưu	Ni	P	Cu	C	N	O	S	Cl
Ví dụ 1	0 lần	44,6	-	-	26,2	-	27,3	-	1,9
	1 lần	21,9	-	-	52,9	-	25,2	-	-
	2 lần	15,1	-	-	63,4	-	21,5	-	-
	3 lần	15,1	-	1,7	62,6	-	20,6	-	-
Ví dụ so sánh 1	0 lần	38,6	3,4	-	37,1	-	19	-	1,9
	1 lần	21,6	1,7	-	58,2	-	17,3	-	1,2
	2 lần	17,8	2,1	1,1	60,6	-	17,1	-	1,3
	3 lần	15,6	2	1,2	63,5	-	17,7	-	-

Được cho rằng màng niken thu được bằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1 chứa bo mà nguồn gốc từ dimethylamin boran, nhưng thực tế, bo không được phát hiện, và phát hiện ra rằng màng niken được tạo thành từ niken về cơ bản là nguyên chất. Mặt khác, như được thể hiện trong bảng 2, màng niken thu được bằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1 được tạo thành từ hợp kim niken-phospho chứa phospho mà có nguồn gốc từ natri hypophosphit.

Có thể hiểu từ bảng 2 rằng trong màng niken thu được bằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1, đồng không khuếch tán đến bề mặt của chúng thậm chí sau lần xử lý hồi lưu thứ hai, và hiệu suất rào cản là ưu việt. Mặt khác, có thể hiểu rằng

trong màng niken thu được bằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1, đồng không khuếch tán đến bề mặt sau lần xử lý hồi lưu thứ nhất, nhưng khuếch tán đến bề mặt sau lần xử lý hồi lưu thứ hai, và hiệu suất rào cản kém.

1-4. Điện phân điện thế thấp

Ở đây, tấm đồng được sử dụng thay vì bảng kiểm tra được mô tả trên đây, và màng niken có độ dày màng là $0,01\ \mu\text{m}$ được tạo thành trên bề mặt của tấm đồng này. Sau đó, màng niken thu được được cho điện phân điện thế thấp là $50\ \text{mV}$ trong $0,5\%$ thể tích của dung dịch axit sulfuric, và các tính chất rào cản được đánh giá. Các kết quả được thể hiện trên Fig.4. Trong hình này, trục hoành là thời gian điện phân, và trục tung là cường độ dòng điện. Cường độ dòng điện tăng chỉ ra rằng đồng đã tan ra từ vật liệu đồng mà là lớp dưới của màng niken.

Như được thể hiện trên Fig.4, có thể hiểu rằng màng niken thu được bằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1 thể hiện sự tăng nhẹ cường độ dòng điện, so với màng niken thu được bằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1, và do đó ưu việt về tính chất rào cản.

Có thể hiểu từ các kết quả về tính chất lắng đọng niken, hình thái bề mặt, phân tích yếu tố bề mặt và điện phân điện thế thấp rằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1 có thể thu được màng niken mà ưu việt về tính chất lắng đọng niken, chắc và láng mịn, và ưu việt về hiệu suất rào cản, so với dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1 và ví dụ so sánh 2. Ngoài ra, có thể hiểu rằng màng niken thu được bằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1 có tính năng ưu việt, so với màng niken mà có cùng độ dày màng như màng niken trên đây và đã thu được bằng dung dịch mạ niken không điện của ví dụ so sánh 1 và ví dụ so sánh 2.

1-5. Tính chất lắng đọng chọn lọc

Ở đây, bảng kiểm tra được sử dụng trong đó mẫu dây đồng, mà độ rộng của dây/khoảng cách dây (L/S) là $30\ \mu\text{m}/30\ \mu\text{m}$, được bố trí trên vật liệu nền cách điện mà có chất chống hàn trên bề mặt của nó và được tạo thành từ nhựa epoxy. Sau đó, màng

niken có độ dày màng là 0,01 μm được tạo thành trên bề mặt của mẫu dây đồng bằng dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 2, trong đó các loại axit carboxylic là khác nhau.

Sau đó, các màng niken thu được được tiến hành quan sát bằng mắt thường xem liệu có hay không phần không lắng đọng niken tồn tại trên bề mặt của mẫu dây, nói theo cách khác, phần mà không được phủ bằng màng niken tồn tại trên đó, và xem liệu có hay không niken đã lắng đọng trên bề mặt giữa các mẫu dây của vật liệu nền cách điện; và tính chất lắng đọng chọn lọc của dung dịch mạ lót niken không điện này được đánh giá. Các kết quả được thể hiện trong bảng 3. Tiêu chí xác định $\bigcirc$, $\triangle$ và $\times$ trong bảng 3 là như sau.

$\bigcirc$: Phần không lắng đọng niken không tồn tại trên bề mặt của mẫu dây, và sự lắng đọng niken không xảy ra giữa các mẫu dây.

$\triangle$: Phần không lắng đọng niken không tồn tại trên bề mặt của mẫu dây, nhưng có sự lắng đọng niken giữa các mẫu dây.

$\times$: Phần không lắng đọng niken tồn tại trên bề mặt của mẫu dây, nhưng sự lắng đọng niken không xảy ra giữa các mẫu dây.

Bảng 3

		Axit carboxylic chính						
		Axit axetic	Axit formic	Axit malonic	Axit oxalic	Axit malic	Axit xitric	Glyxin
Axit carboxylic thứ cấp	Axit axetic	△	△	△	△	△	×	○
	Axit formic	△	△	△	△	△	×	○
	Axit malonic	△	△	△	△	△	×	○
	Axit oxalic	△	△	×	△	△	×	○
	Axit malic	△	△	×	×	○	×	○
	Axit xitric	×	×	×	×	×	×	×
	Glyxin	○	○	○	○	○	×	○

Như được thể hiện trong bảng 3, dung dịch mạ lót niken không điện thể hiện tính chất lắng đọng chọn lọc tốt nhất là chỉ các dung dịch trong đó axit hydroxydicarboxylic (axit malic) hoặc axit amin (glyxin) được sử dụng làm axit carboxylic, hoặc axit được chọn từ nhóm bao gồm axit monocarboxylic (axit axetic và axit formic), axit dicarboxylic (axit malonic và axit oxalic) và axit hydroxydicarboxylic (axit malic) được kết hợp với axit amin (glyxin). Dung dịch mạ lót niken không điện thể hiện tính chất lắng đọng chọn lọc tốt thứ hai là các dung dịch trong đó axit được chọn từ nhóm bao gồm axit monocarboxylic (axit axetic và axit formic), axit dicarboxylic (axit malonic và axit oxalic) và axit hydroxydicarboxylic (axit malic) là axit carboxylic chính được sử dụng kết hợp với axit được chọn từ nhóm bao gồm axit monocarboxylic (axit axetic và axit formic) và axit dicarboxylic là axit carboxylic thứ cấp, hoặc axit monocarboxylic (axit axetic và axit formic) được kết hợp với axit hydroxycarboxylic (axit malic). Mặt khác, dung dịch mạ lót niken không điện trong đó chỉ axit xitric được sử dụng hoặc được sử dụng kết hợp với axit carboxylic không thể hiện quá nhiều tính chất lắng đọng chọn lọc thích hợp.

2. Đánh giá về độ ổn định bề

2-1. Loại axit carboxylic

Dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 2, trong đó các loại axit carboxylic là khác nhau, được cho qua ba chu kỳ trong đó các chu kỳ này là làm ấm dung dịch đến nhiệt độ 50°C trong 8 giờ, ngừng làm ấm trong 16 giờ để cho nhiệt độ bể quay trở lại nhiệt độ bình thường bằng cách làm mát tự nhiên, và sau đó lại làm ấm dung dịch đến nhiệt độ 50°C. Sau đó, trong khi ba chu kỳ này được tiến hành, quan sát xem có hoặc không có sự phân hủy bể của dung dịch mạ lót niken không điện trong. Các kết quả được thể hiện trong bảng 4. Tiêu chí xác định ○, △ và × trong bảng 4 là như sau.

○: Sau khi kết thúc 3 chu kỳ (sau 72 giờ), bể không bị phân hủy và ổn định.

△: Bể không bị phân hủy trong một chu kỳ (trong vòng 24 giờ), nhưng bể bị phân hủy sau khi kết thúc 3 chu kỳ.

×: Bể bị phân hủy trước khi kết thúc 1 chu kỳ.

Bảng 4

		Axit carboxylic chính						
		Axit axetic	Axit formic	Axit malonic	Axit oxalic	Axit malic	Axit xitric	Glyxin
Axit carboxylic thứ cấp	Axit axetic	×	×	△	△	○	○	○
	Axit formic	×	×	△	△	○	○	○
	Axit malonic	○	○	△	○	○	○	○
	Axit oxalic	○	○	○	○	○	○	○
	Axit malic	○	○	○	○	○	○	○
	Axit xitric	○	○	○	○	○	○	○
	Glyxin	○	○	○	○	○	○	○

Như được thể hiện trong bảng 4, dung dịch mạ lót niken không điện thể hiện độ ổn định bề tốt nhất là dung dịch trong đó chỉ axit hydroxydicarboxylic (axit malic), axit hydroxytricarboxylic (axit xitric) hoặc axit amin (glyxin) được sử dụng làm axit carboxylic, hoặc được sử dụng kết hợp với axit carboxylic khác. Ngoài ra, dung dịch mạ lót niken không điện cũng đặc biệt ưu việt về độ ổn định bề, trong đó axit được chọn từ nhóm bao gồm axit monocarboxylic (axit axetic và axit formic) và axit dicarboxylic (axit malonic và axit oxalic) được sử dụng làm axit carboxylic chính, và axit dicarboxylic được sử dụng làm axit carboxylic thứ cấp. Dung dịch mạ lót niken không điện thể hiện độ ổn định bề tốt thứ hai là các dung dịch trong đó axit dicarboxylic (axit malonic hoặc axit oxalic) được sử dụng làm axit carboxylic chính, và axit monocarboxylic (axit axetic hoặc axit formic) được sử dụng kết hợp làm axit carboxylic thứ cấp. Mặt khác, dung dịch mạ lót niken không điện có độ ổn định bề kém, trong đó chỉ axit axetic hoặc axit formic được sử dụng hoặc sử dụng tổ hợp của axit axetic và axit formic.

Có thể hiểu từ các bảng 3 và bảng 4 rằng các axit carboxylic khác nhau có thể được kết hợp với nhau trong dung dịch mạ lót niken không điện. Ngoài ra, có thể hiểu rằng khi muốn đạt được cả tính chất lắng đọng chọn lọc ưu việt và độ ổn định bề ưu việt, cách tốt nhất là chỉ sử dụng axit hydroxydicarboxylic (axit malic) hoặc axit amin (glyxin), hoặc sử dụng tổ hợp của axit được chọn từ nhóm bao gồm axit monocarboxylic (axit axetic và axit formic), axit dicarboxylic (axit malonic và axit oxalic) và axit hydroxydicarboxylic (axit malic), với axit amin (glyxin).

2-2. Phương pháp điều chế

Dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1 và ví dụ 3 được cho qua ba chu kỳ trong đó các chu kỳ này là làm ấm dung dịch và ngừng làm ấm, tương tự như với dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 2, và quan sát xem có hoặc không có sự phân hủy bề. Các kết quả được thể hiện trong bảng 5. Tiêu chí xác định ○ và × trong bảng 5 là giống như trong bảng 4.

Bảng 5

	Ví dụ 1	Ví dụ 3
Độ ổn định bề	○	×

Như được thể hiện trong bảng 5, dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 1 là ưu việt về độ ổn định bề, so với dung dịch mạ lót niken không điện của ví dụ 3. Từ kết quả này, có thể hiểu rằng độ ổn định bề có thể được cải thiện, khi dung dịch mạ lót niken không điện được điều chế, không phải bằng cách trộn đơn giản muối niken tan trong nước, axit carboxylic hoặc muối của chúng và chất khử với nước, mà bằng cách làm theo phương pháp đầu tiên là trộn và khuấy muối niken tan trong nước, axit carboxylic hoặc muối của chúng và nước để điều chế dung dịch nước chứa phức niken, và sau đó trộn chất khử vào dung dịch nước và khuấy hỗn hợp này để điều chế dung dịch mạ.

Khả năng áp dụng công nghiệp

Như được mô tả trên đây, nhờ dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế, có thể tạo thành màng niken mà có thể phủ chắc chắn bề mặt của vật liệu đồng ngay cả khi độ dày màng là mỏng, ưu việt về độ bám vào vật liệu đồng, và ưu việt về các tính chất rào cản để ngăn chặn sự khuếch tán của đồng. Do đó, nhờ dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế, có thể đạt được sự làm mỏng màng niken. Ngoài ra, khi màng Ni/Au hoặc màng Ni/Pd/Au được xây dựng bằng cách tạo thành màng paladi hoặc màng vàng trên màng niken mà đã được tạo thành bằng dung dịch mạ lót niken không điện, có thể đạt được các đặc tính gắn ưu việt ngay cả khi độ dày màng của màng niken là mỏng. Kết quả là, có thể đối phó với kiểu dây phức tạp và dây có khoảng cách hẹp, và đạt được sự gắn mật độ cao của các bộ phận điện tử. Ngoài ra, màng Ni/Au hoặc màng Ni/Pd/Au thu được có độ dày màng tổng thể là mỏng, là ưu việt về độ mềm dẻo, và do đó thích hợp làm chất nền linh hoạt.

Ngoài ra, dung dịch mạ lót niken không điện theo sáng chế có thể trực tiếp tạo thành màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng được xử lý sơ bộ thậm chí không cần tiến hành xử lý hấp thụ chất xúc tác paladi, và do đó có thể cải thiện năng suất.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Dung dịch mạ lót niken không điện được sử dụng để tạo thành màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng, trong đó dung dịch này chứa:

muối niken tan trong nước ở nồng độ nằm trong khoảng từ 0,002 đến 1 g/L niken;

một hoặc nhiều axit carboxylic hoặc muối của chúng; và

một hoặc nhiều chất khử được chọn từ nhóm bao gồm dimetylamin boran, trimetylamin boran, hydrazin và dẫn xuất của hydrazin.

2. Dung dịch mạ lót niken không điện theo điểm 1, trong đó axit carboxylic là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm axit monocarboxylic, axit dicarboxylic, axit tricarboxylic, axit hydroxydicarboxylic, axit hydroxytricarboxylic, axit carboxylic thơm, axit oxocarboxylic và axit amin.

3. Dung dịch mạ lót niken không điện theo điểm 2, trong đó axit monocarboxylic là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm axit formic, axit axetic, axit propionic và axit butyric.

4. Dung dịch mạ lót niken không điện theo điểm 2, trong đó axit dicarboxylic là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm axit oxalic, axit malonic, axit succinic, axit gluconic, axit adipic, axit fumaric và axit maleic.

5. Dung dịch mạ lót niken không điện theo điểm 2, trong đó axit tricarboxylic là axit aconitic.

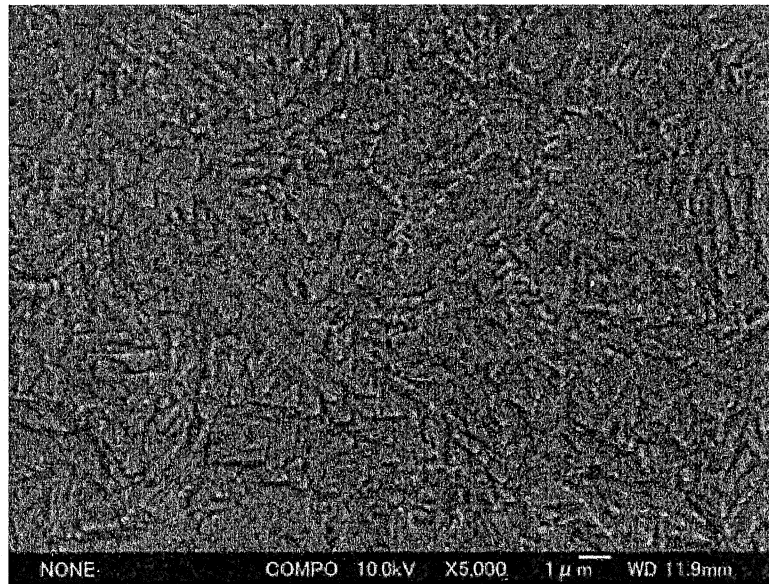
6. Dung dịch mạ lót niken không điện theo điểm 2, trong đó axit hydroxydicarboxylic là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm axit lactic và axit malic.

7. Dung dịch mạ lót niken không điện theo điểm 2, trong đó axit hydroxytricarboxylic là axit xitric.

8. Dung dịch mạ lót niken không điện theo điểm 2, trong đó axit carboxylic thơm là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm axit benzoic, axit phthalic và axit salixylic.
9. Dung dịch mạ lót niken không điện theo điểm 2, trong đó axit oxocarboxylic này là axit pyruvic.
10. Dung dịch mạ lót niken không điện theo điểm 2, trong đó axit amin là một hoặc nhiều loại được chọn từ nhóm bao gồm arginin, asparagin, axit aspartic, xystein, axit glutamic và glyxin.
11. Dung dịch mạ lót niken không điện theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó dung dịch mạ lót niken không điện này được điều chế bằng cách trộn và khuấy muối niken tan trong nước, axit carboxylic hoặc muối của chúng và nước để điều chế dung dịch nước chứa phức niken, sau đó trộn chất khử vào dung dịch nước, và khuấy hỗn hợp này.
12. Phương pháp tạo thành màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng, trong đó phương pháp này bao gồm bước tạo thành màng niken trên bề mặt của vật liệu đồng bằng phương pháp mạ lót không điện sử dụng dung dịch mạ lót niken không điện theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11.
13. Phương pháp tạo thành màng niken theo điểm 12, trong đó độ pH của dung dịch mạ lót niken không điện được điều chỉnh đến nằm trong khoảng từ 6 đến 10, và nhiệt độ bể của chúng được điều chỉnh đến nằm trong khoảng từ 20°C đến 55°C.
14. Phương pháp tạo thành màng niken theo điểm 12 hoặc điểm 13, trong đó màng niken có độ dày màng nằm trong khoảng từ 0,005 đến 0,3 μm được tạo thành.

Fig.1

(a)



(b)

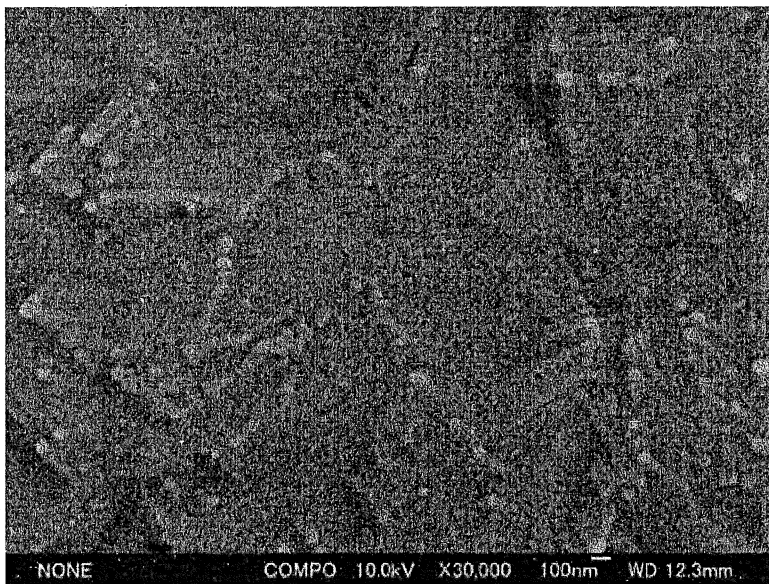
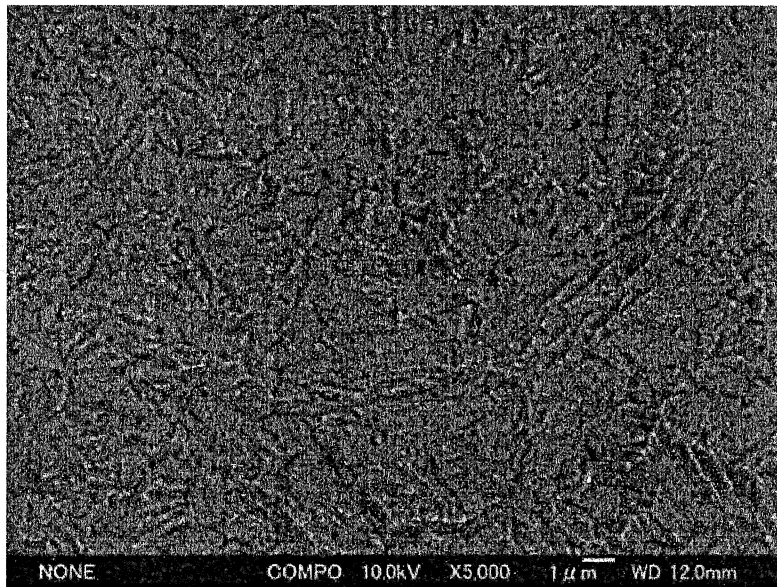


Fig.2

(a)



(b)

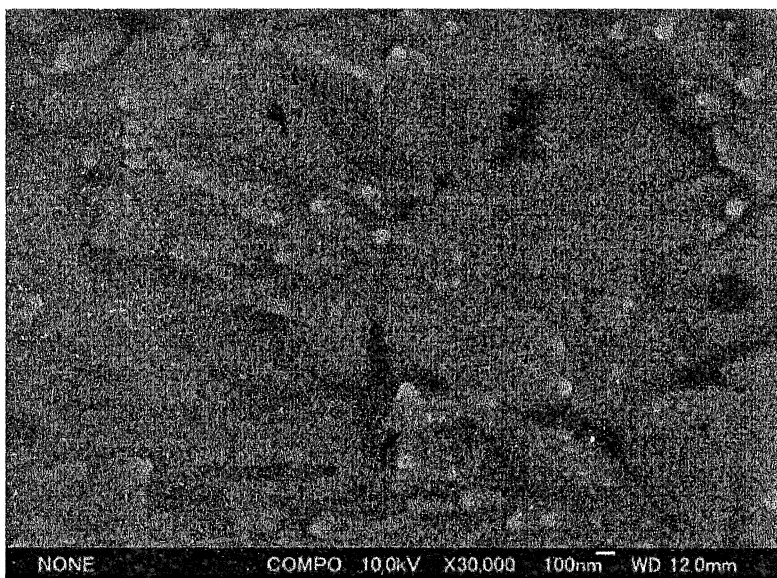
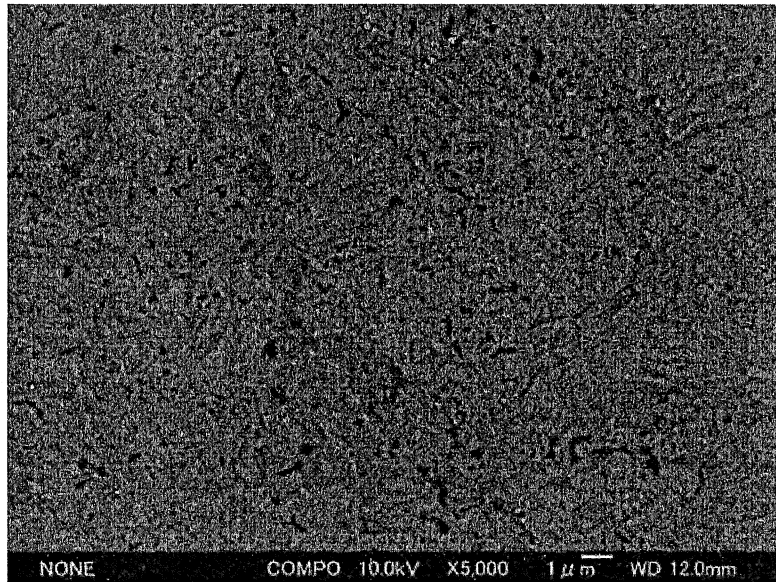


Fig.3

(a)



(b)

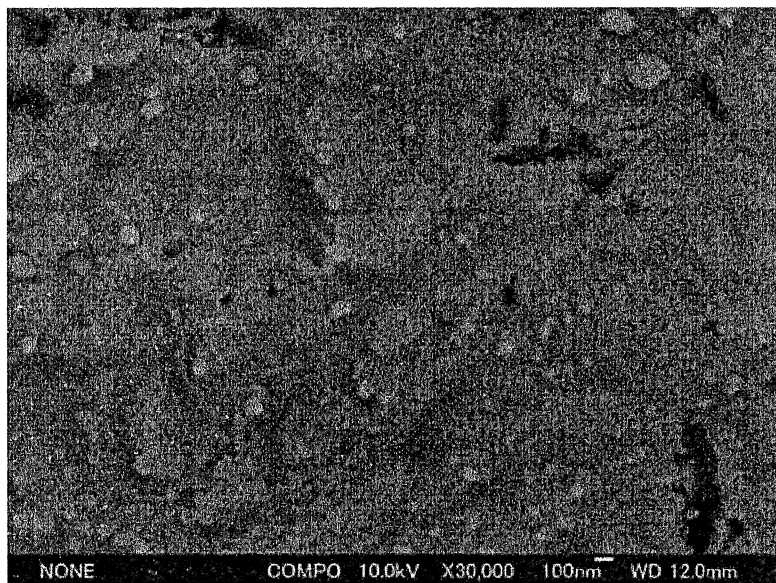


Fig.4

