



(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)



1-0032624

(51)⁸ C25D 5/10; C23C 28/02; C25F 5/00; (13) B
C25D 5/40; C25D 5/48; C25D 7/00;
C23C 18/16; C25D 5/12

(21) 1-2018-01324

(22) 04/10/2016

(86) PCT/EP2016/073631 04/10/2016

(87) WO2017/060216 13/04/2017

(30) 15188618.1 06/10/2015 EP

(45) 25/07/2022 412

(43) 25/07/2018 364A

(73) ATOTECH DEUTSCHLAND GMBH (DE)

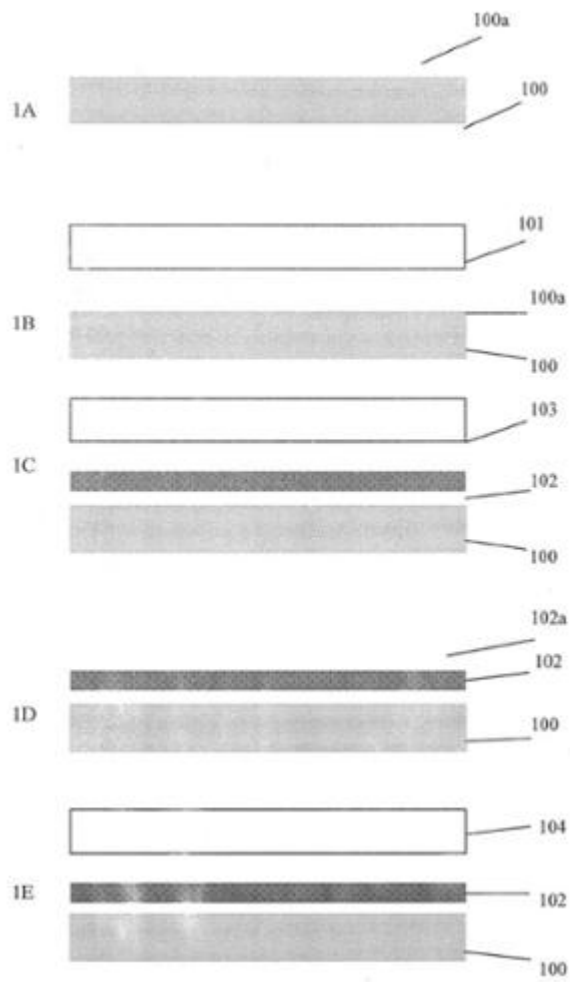
Erasmusstraße 20, 10553 Berlin, Germany

(72) VAZHENIN, Grigory (RU); SPERLING, Jan (DE); PIEPER, Stefan (DE);
CASTELLANI, Mauro (CH); KIRBS, Andreas (DE); ROHDE, Dirk (DE).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH LẮNG PHỦ INĐI HOẶC HỢP KIM INĐI VÀ SẢN PHẨM ĐƯỢC
TẠO RA BỞI QUY TRÌNH NÀY

(57) Sáng chế đề xuất quy trình lắng phủ inđi hoặc hợp kim inđi và sản phẩm được tạo ra bởi quy trình này, trong đó quy trình này bao gồm các bước: i. tạo ra để có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại; ii. lắng phủ lớp inđi hoặc hợp kim inđi thứ nhất trên ít nhất một phần của bề mặt nêu trên, nhờ đó lớp dạng pha phức hợp được cấu thành bởi một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại và một phần của lớp inđi hoặc hợp kim inđi thứ nhất; iii. loại bỏ một phần hoặc toàn bộ phần không cấu thành lớp dạng pha phức hợp của lớp inđi hoặc hợp kim inđi thứ nhất; iv. lắng phủ lớp inđi hoặc hợp kim inđi thứ hai trên ít nhất một phần của bề mặt đã được tạo ra trong bước (iii).



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình lắng phủ indi hoặc hợp kim indi và sản phẩm được tạo ra bởi quy trình này. Sáng chế cũng đề cập đến việc tạo ra các lớp indi hoặc hợp kim indi rất nhẵn và bóng được tạo ra để áp dụng trong các ứng dụng điện tử và bán dẫn. Cụ thể, sáng chế đề cập đến các bộ phận nối dùng trong công nghiệp điện tử và bán dẫn như chip lệch, ghép nối băng tự động và các bộ phận tương tự.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Indi là một kim loại rất được mong muốn trong nhiều ngành công nghiệp do nó có các tính chất vật lý khác biệt. Ví dụ, nó đủ mềm để dễ dàng biến dạng và lấp đầy các vi cấu trúc nằm giữa hai bộ phận đối tiếp, có nhiệt độ nóng chảy thấp (156°C) và độ dẫn nhiệt cao. Các tính chất như vậy của indi cho phép sử dụng nó trong nhiều ứng dụng khác nhau trong ngành công nghiệp điện tử và các ngành công nghiệp có liên quan.

Ví dụ, indi có thể được sử dụng làm vật liệu phân cách nhiệt (TIM: Thermal Interface Material). Các TIM là rất quan trọng đối với việc bảo vệ các bộ phận điện tử như mạch tích hợp (IC) và bộ phận bán dẫn chủ động, ví dụ, các bộ vi xử lý, không bị quá giới hạn nhiệt độ vận hành của chúng. Chúng cho phép liên kết bộ phận sinh nhiệt (ví dụ, bán dẫn silic) với bộ phận tiêu nhiệt hoặc bộ phận tản nhiệt (ví dụ, các thành phần đồng và nhôm) mà không tạo ra một lớp chắn quá nhiệt. TIM có thể cũng được sử dụng trong việc lắp ráp các thành phần khác của bộ phận tiêu nhiệt hoặc cụm tản nhiệt cấu thành đường dẫn nhiệt tổng thể.

Việc tạo ra một đường dẫn nhiệt có hiệu quả là một tính chất quan trọng của TIM. Đường dẫn nhiệt này có thể được xem là có độ dẫn nhiệt hiệu quả nhờ TIM. Độ dẫn nhiệt hiệu dụng của TIM chủ yếu là do tính nguyên vẹn của

bề mặt chung giữa các TIM và độ dẫn nhiệt của bộ phận tản nhiệt cũng như độ dẫn nhiệt khối (thuần) của TIM. Các tính chất khác cũng là quan trọng đối với một TIM tùy thuộc vào ứng dụng cụ thể, ví dụ: khả năng giảm ứng suất nhiệt khi ghép nối hai vật liệu (còn được gọi là “sự tương hợp”), khả năng tạo ra sự ghép nối kín cơ học ổn định trong chu kỳ nhiệt, không nhạy với các thay đổi về độ ẩm và nhiệt độ, tính khả thi sản xuất và chi phí.

Việc lắng phủ điện phân indi đã và đang được áp dụng từ lâu trong lĩnh vực kỹ thuật này. Nhiều hạn chế kỹ thuật khác nhau đã biết đối với việc lắng phủ điện phân indi. Indi dễ bị kết tủa ra khỏi các dung dịch nước dưới dạng hydroxit hoặc oxit trong khoảng độ pH rộng thường đòi hỏi việc sử dụng các dung dịch mạ dùng chất càng hóa mạnh và/hoặc kiềm hoặc axit mạnh. US 2,497,988 đề cập đến quy trình lắng phủ điện phân indi bằng cách sử dụng xyanua làm chất phụ gia. Việc sử dụng xyanua là ít được mong muốn do độc tính của nó. Các quy trình kiềm sử dụng các tác nhân càng hoá khác nhau như oxalat được công bố trong, không kể những ấn phẩm khác, US 2,287,948 và US 2,426,624. Tuy nhiên, môi trường kiềm không thể sử dụng được trong giai đoạn sau của quá trình sản xuất mạch in và các linh kiện bán dẫn dưới dạng các mặt nạ hàn và các lớp cản quang là không bền trong các xử lý như vậy. Các dung dịch mạ indi có tính axit đã được mô tả trong US 2,458,839. Ngoài ra, việc các lớp lắng phủ được tạo ra từ chúng không đều và thường có cấu trúc dạng đảo khiến cho chúng không thể áp dụng được ở chế độ micromét. Tuy nhiên, do nhu cầu thu nhỏ ngày càng gia tăng trong các ngành công nghiệp điện tử ngày nay, nên các quy trình không tạo ra các lớp indi hoặc hợp kim indi cỡ micromét cũng được đòi hỏi.

Để tránh tạo ra cấu trúc dạng đảo nêu trên, US 8,092,667 đề xuất quy trình nhiều bước. Trước tiên, lớp trung gian cấu thành bởi indi và/hoặc gali cũng như lưu huỳnh, selen hoặc kim loại khác như đồng được tạo ra và sau đó, gali, indi hoặc các hợp kim của nó được lắng phủ điện phân trên lớp trung gian này. Mặc dù quy trình này có thể tạo ra các lớp indi mỏng tới 500nm, song quy trình này rất phức tạp. Phương pháp này cần đến nhiều dung dịch mạ là điều

không muốn có do sẽ dẫn đến việc kéo dài thời gian xử lý và cần đến dây chuyền sản xuất dài hơn và do đó, làm tăng chi phí sản xuất. Ngoài ra, các lớp inđi rất nhẵn và tinh khiết không thể được tạo ra khi lớp trung gian này được làm bằng hợp kim cùng với các nguyên tố khác.

Quy trình lắng phủ điện phân trên đồng đã được công bố trong ấn phẩm: Journal of the Electrochemical Society 2011, quyển 158 (2), các trang D57-D61. Quy trình lắng phủ inđi đã được công bố này dựa theo cơ chế tăng trưởng Stranski-Krastanov cho dù có cải biến một chút. Quy trình đã được công bố này dẫn đến việc tạo ra nhanh chóng lớp nội kim loại dày tới 50nm nơi mà các cấu trúc dạng đảo cầu thành bởi inđi được tạo ra sau đó. Tuy nhiên, quy trình đã được công bố này không cho phép tạo ra các lớp inđi kích cỡ micromét nhẵn. Chiều dày lớp inđi hoặc hợp kim inđi nằm trong khoảng từ 50 hoặc 100nm đến dưới 1µm hoặc nhỏ hơn 500nm là không thể được tạo ra bởi phương pháp này. Ngoài ra, công bố này chỉ đề cập đến việc đồng làm đế nhưng việc đồng làm đế là hiếm khi được áp dụng. Ngành công nghiệp điện tử thường sử dụng các lớp chắn bên trên các đường hoặc tiếp điểm đồng để ngăn chặn sự di chuyển điện tử của đồng. Xu hướng di chuyển điện tử này của đồng ảnh hưởng xấu đến tuổi thọ của các thành phần điện tử.

Sự thoát khí hydro trong quá trình lắng phủ điện phân inđi cũng là một vấn đề khác liên quan đến nó. Sự thoát khí hydro cần phải được làm giảm đến mức tối thiểu bởi vì hydro là một khí dễ cháy và sự tạo ra hydro là một phản ứng cạnh tranh với quá trình lắng phủ inđi và do vậy làm giảm hiệu quả của quy trình lắng phủ inđi. US 8,460,533 B2 đề cập đến dung dịch mạ inđi sử dụng polyme loại bỏ hydro. Polyme loại bỏ hydro này là một polyme cộng của epiclohydrin mà việc sử dụng nó là ít được mong muốn do độc tính cao của nó. Ngoài ra, cũng không được mong muốn nếu phải đưa ra từng giải pháp dung dịch mạ riêng rẽ để giải quyết cho mỗi vấn đề kỹ thuật này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình lắng phủ các lớp indi hoặc hợp kim indi nhẵn trên kim loại hoặc hợp kim kim loại, cụ thể là trên niken và hợp kim niken.

Một mục đích khác của sáng chế là đề xuất quy trình lắng phủ indi hoặc hợp kim indi cải thiện về bên ngoài của các lớp indi hoặc hợp kim indi như độ bóng và/hoặc độ nhẵn bằng cách sử dụng dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi thông thường.

Một mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất vị trí liên kết kín cho chip lệch và mối hàn làm bằng indi hoặc hợp kim indi.

Một mục đích tiếp theo của sáng chế là đề xuất quy trình lắng phủ indi hoặc hợp kim indi hiệu dụng khắc phục được các nhược điểm của các giải pháp kỹ thuật đã biết.

Các mục đích này đạt được bằng cách sử dụng quy trình và sản phẩm như được xác định trong các điểm yêu cầu bảo hộ độc lập kèm theo. Sáng chế theo các phương án được ưu tiên được xác định trong các điểm yêu cầu bảo hộ phụ thuộc.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ dạng sơ đồ, không nhằm mục đích giới hạn phạm vi của sáng chế, thể hiện quy trình theo sáng chế.

Fig.2 thể hiện dạng sơ đồ đường đặc tuyến dòng điện-điện áp của dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi.

Fig.3 thể hiện đường đặc tuyến dòng điện-điện áp của dung dịch mạ indi dùng trong Ví dụ 1.

Fig.4 thể hiện các địa hình bề mặt của bề mặt niken đã được xử lý bằng quy trình lắng phủ indi thông thường. Fig.4A là hình chiếu bằng của bề mặt niken có lớp lắng phủ indi được tạo ra bởi quy trình lắng phủ điện phân một bước thường được áp dụng trong lĩnh vực kỹ thuật này; Fig.4B thể hiện hình chiếu cạnh của mẫu này.

Fig.5 thể hiện các địa hình của bề mặt niken mà trên đó indi đã được lắng phủ bằng cách áp dụng quy trình theo sáng chế. Fig.5A là hình chiếu bằng, Fig.5B là hình chiếu cạnh tương ứng của bề mặt niken.

Mô tả chi tiết sáng chế

Quy trình lắng phủ indi hoặc hợp kim indi theo sáng chế bao gồm các bước:

- i. tạo ra để có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại, ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại này cấu thành bởi một hoặc nhiều kim loại được chọn từ nhóm bao gồm niken, coban, ruteni hoặc hợp kim của kim loại bất kỳ trong số các kim loại này;
- ii. lắng phủ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất trên ít nhất một phần của bề mặt nêu trên, nhờ đó lớp dạng pha phức hợp được cấu thành bởi một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại và một phần của lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất;
- iii. loại bỏ toàn bộ phần không cấu thành lớp dạng pha phức hợp của lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất, trong đó lớp dạng pha phức hợp hầu như không được loại bỏ trong bước (iii) của quy trình này, trong đó việc hầu như không được loại bỏ này được hiểu là trên 90% khối lượng của lớp dạng pha phức hợp vẫn còn lại sau bước (iii);
- iv. lắng phủ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ hai trên ít nhất một phần của bề mặt được tạo ra ở bước iii.

Các bước được tiến hành theo thứ tự nêu trên.

Tất cả các điện áp được nêu trong phần mô tả này đều được đưa ra liên quan tới điện cực bạc/bạc clorua cùng với 3mol/L KCl làm chất điện phân (Ag^+/AgCl). Hàm lượng phần trăm được nêu trong bản mô tả này đều là hàm lượng phần trăm tính theo khối lượng (% khối lượng) trừ khi có quy định khác. Các nồng độ được đưa ra trong phần mô tả này đều là nồng độ tính theo thể tích của toàn bộ dung dịch trừ khi có quy định khác. Thuật ngữ “lắng phủ” được nêu trong bản mô tả này bao gồm thuật ngữ “mạ” được xác định là quy

trình lắng phủ từ dung dịch mạ. Thuật ngữ “điện phân” đôi khi trong lĩnh vực kỹ thuật này được sử dụng hoán đổi với thuật ngữ “điện” hoặc các quy trình này đôi khi còn được gọi là quy trình “lắng phủ điện phân”. Các thuật ngữ “điện thế” và “điện áp” được sử dụng hoán đổi cho nhau trong bản mô tả này. Các trị số chiều dày lớp được đưa ra trong bản mô tả này là các trị số chiều dày trung bình có thể xác định được bởi XRF (X-Ray Fluorescence).

Như được thể hiện trên Fig.1A, đế (100) có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại (100a) được tạo ra. Các đế thường được sử dụng theo sáng chế này bao gồm các bản mạch in, đế bán dẫn, đế IC (mạch tích hợp), đế mang chip, đế mang mạch điện, bộ phận nối điện và bộ phận hiển thị.

Các đế được sử dụng theo sáng chế này có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại. Ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại này thường là lớp phía ngoài hoặc là một lớp dễ bị tác động đối với quy trình lắng phủ. Do đó, các thuật ngữ “một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại” và “một lớp kim loại hoặc hợp kim kim loại” có nghĩa như nhau.

Ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại chứa hoặc cấu thành bởi một hoặc nhiều kim loại được chọn từ nhóm bao gồm niken và các hợp kim của chúng.

Các hợp kim bao gồm, không kể những loại khác, ít đặc biệt là các hợp kim được cấu thành bởi hai hoặc nhiều kim loại nêu trên; các hợp kim của một hoặc nhiều kim loại nêu trên với phospho, bo hoặc phospho và bo; cũng như các nitrua và silicua tương ứng của các kim loại nêu trên. Do xu hướng di chuyển của đồng và hợp kim đồng, nên được ưu tiên hơn là ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại không chứa đồng hoặc hợp kim của nó.

Theo sáng chế, ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại chứa hoặc cấu thành bởi một hoặc nhiều kim loại được chọn từ nhóm bao gồm niken, coban, ruteni, titan, tantan, vonfram hoặc hợp kim của chúng. Các kim loại hoặc hợp kim kim loại này thường được sử dụng làm các lớp chắn trong các ngành công nghiệp bán dẫn và điện tử bên trên các đường hoặc tiếp điểm

đồng để ngăn chặn sự truyền nhiệt hoặc di chuyển điện tử của đồng từ các đường hoặc tiếp điểm đồng này.

Tốt nhất, nếu ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại được sử dụng theo sáng chế này chứa hoặc cấu thành bởi niken hoặc một trong số các hợp kim niken được chọn từ nhóm bao gồm hợp kim niken phospho, hợp kim niken bo, hợp kim niken vonfram phospho, hợp kim niken vonfram bo, hợp kim niken vonfram phospho bo, hợp kim niken molypđen phospho, hợp kim niken molypđen bo, hợp kim niken molypđen phospho bo, hợp kim niken mangan phospho, hợp kim niken mangan bo và hợp kim niken mangan phospho bo. Các phương án được ưu tiên nêu trên, không kể những vấn đề khác, là do các kim loại và các hợp kim kim loại được ưu tiên cho phép quy trình theo sáng chế có được hiệu quả cao.

Thuật ngữ "bề mặt kim loại" được nêu trong bản mô tả này bề mặt niken chỉ bề mặt kim loại tinh khiết (không tính đến các tạp chất vết bất kỳ thường có mặt trong các nguyên liệu loại kỹ thuật). Các bề mặt kim loại tinh khiết thường chứa ít đặc biệt là 99% khối lượng của kim loại tương ứng. Các hợp kim nêu trên thường chứa trên 95% khối lượng của các nguyên tố cấu thành hợp kim, tốt hơn là trên 99% khối lượng.

Tùy ý, quy trình theo sáng chế còn bao gồm bước:

i.a. xử lý sơ bộ ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại.

Việc xử lý sơ bộ các bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Việc xử lý sơ bộ như vậy bao hàm, nhưng không chỉ giới hạn ở, việc làm sạch và việc khắc ăn mòn.

Các bước làm sạch sử dụng các dung dịch nước có thể có tính axit hoặc kiềm mà tùy ý có chứa các chất hoạt động bề mặt và/hoặc các đồng dung môi như glycol. Các bước khắc ăn mòn chủ yếu sử dụng các dung dịch axit có tính oxy hóa nhẹ như 1 mol/L axit sulphuric kết hợp với tác nhân oxy hóa như hydro peroxit. Các bước khắc ăn mòn này, không kể những chức năng khác, được sử dụng để loại bỏ các lớp oxit hoặc các chất tồn dư hữu cơ trên các bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại.

Bước tùy ý (i.a) được bao gồm trong quy trình theo sáng chế là nằm giữa bước (i) và bước (ii).

Tùy ý, quy trình theo sáng chế bao gồm bước:

- xác định điện áp mạch hở.

Điện thế mạch hở là điện thế của điện cực làm việc so với điện cực đối chứng khi điện thế hoặc dòng điện không được cấp cho bình điện phân.

Hữu ích nếu xác định điện áp mạch hở (OCP) do nó phụ thuộc vào nhiều yếu tố khác nhau như thành phần chính xác của dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi, bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại, độ pH của dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi và nhiệt độ của dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi.

Điện thế mạch hở có thể được xác định bằng các phương pháp phân tích tiêu chuẩn đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Các công cụ phân tích hữu ích là phương pháp quét thế vòng và phương pháp quét thế tuyến tính. Điện thế mạch hở là điểm giao nhau của đường đặc tuyến dòng điện-điện áp với đường cong điện thế. Điện thế mạch hở, không thể những vấn đề khác, được xác định trong ấn phẩm: C. G. Zoski, "Handbook of Electrochemistry", Elsevier, Oxford, tái bản lần thứ nhất, 2007, trang 4. Theo cách khác, điện áp mạch hở có thể được xác định và thu được như được mô tả trong ấn phẩm: K. B. Oldham, J. C. Myland, "Fundamentals of Electrochemical Science", Academic Press, San Diego, tái bản lần thứ nhất, 1994, các trang 68-69.

Có lợi nếu xác định điện áp mạch hở bởi vì các trị số điện thế lý tưởng chỉ việc lắng phủ và loại bỏ inđi hoặc hợp kim inđi có thể sau đó được chọn để làm cho toàn bộ quy trình hiệu quả hơn. Nếu điện áp mạch hở là đã biết đối với một trình tự quy trình nhất định, thì không nhất thiết phải xác định nó một lần nữa. Điều này có nghĩa là nếu một quy trình đã từng được thực hiện, thì không nhất thiết phải xác định điện áp mạch hở một lần nữa (với điều kiện tương tự hoặc giống hệt được áp dụng).

Việc xác định điện áp mạch hở có thể được sử dụng trong quy trình theo sáng chế nằm giữa bước (i) và bước (ii) và/hoặc giữa bước (ii) và bước (iii)

và/hoặc giữa bước (iii) và bước (iv) và/hoặc giữa bước (iv) và bước (v) và/hoặc giữa bước (v) và bước (vi). Thông thường là đủ và do vậy có thể được ưu tiên nếu áp dụng bước xác định điện áp mạch hở giữa bước (i) và bước (ii) và/hoặc giữa bước (ii) và bước (iii).

Trong quá trình xác định điện áp mạch hở, đường đặc tuyến dòng điện-điện áp (còn được gọi là đường đặc tuyến dòng điện theo điện áp) có thể được tạo ra.

Trong bước (ii), lớp indium hoặc hợp kim indium thứ nhất được lắng phủ trên ít nhất một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại đã được tạo ra trong bước (i). Điều này được minh họa trên Fig.1B. Đế (100) có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại (100a) được mô tả cùng với lớp indium hoặc hợp kim indium thứ nhất (101) trên bề mặt này.

Bằng cách lắng phủ lớp indium hoặc hợp kim indium thứ nhất trên ít nhất một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại, lớp dạng pha phức hợp được tạo ra. Lớp dạng pha phức hợp này được cấu thành bởi một phần của kim loại hoặc hợp kim kim loại của bề mặt và một phần của lớp indium hoặc hợp kim indium thứ nhất đã được lắng phủ trên nó. Lớp dạng pha phức hợp có thể là pha nội kim loại, hỗn hợp vật lý của các hợp phần nêu trên hoặc sự kết hợp của chúng. Tốt hơn là, lớp dạng pha phức hợp là hoặc ít nhất bao gồm pha nội kim loại của indium hoặc hợp kim indium đã được lắng phủ và bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại mà trên đó indium hoặc hợp kim indium được lắng phủ. Lớp dạng pha phức hợp như pha nội kim loại tạo ra ở đường phân giới pha giữa lớp indium hoặc hợp kim indium thứ nhất đã được lắng phủ và kim loại hoặc hợp kim kim loại của bề mặt này, thường là do sự khuếch tán của một hoặc nhiều vật liệu này sang vật liệu kia. Lớp dạng pha phức hợp chứa ít đặc biệt là indium và kim loại hoặc hợp kim kim loại của bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại. Tùy ý, lớp dạng pha phức hợp có chứa nguồn cấp ion kim loại dễ khử thứ hai (ở dạng kim loại tương ứng của nó) nếu hợp kim indium được lắng phủ.

Lớp dạng pha phức hợp cấu thành bởi indium hoặc hợp kim indium và bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại tạo ra tức thời trong quá trình lắng phủ lớp indium

hoặc hợp kim indium thứ nhất trên ít nhất một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại và sau đó. Điều này được thể hiện trên Fig.1C. Đế (100) có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại (100a) được mô tả cùng với lớp dạng pha phức hợp (102) ở giữa một phần của lớp indium hoặc hợp kim indium thứ nhất (103) và một phần của kim loại hoặc hợp kim kim loại mà chưa được chuyển hóa/được cấu thành lớp dạng pha phức hợp.

Tốc độ hình thành lớp dạng pha phức hợp, không kể những dấu hiệu khác, tùy thuộc vào bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại được sử dụng trong quy trình theo sáng chế. Trong trường hợp các lớp chắn như các lớp chắn được làm từ niken hoặc hợp kim niken, các thử nghiệm điện hóa đã chứng tỏ một cách chắc chắn sự hình thành của pha nội kim loại. Điều này là hoàn toàn không ngờ tới bởi vì đã biết rằng niken và hợp kim niken là các lớp chắn có xu thế dịch chuyển rất thấp và, ví dụ, niken và indium sẽ không tạo ra các pha nội kim loại khi ở các điều kiện (đặc biệt là nhiệt độ) thường có trong quy trình theo sáng chế.

Tốt hơn là, chiều dày lớp của lớp dạng pha phức hợp được cấu thành bởi indium hoặc hợp kim indium và kim loại hoặc hợp kim kim loại nằm trong khoảng từ 0,1 đến 100nm, tốt hơn là từ 1 đến 50nm.

Chiều dày tổng cộng của lớp dạng pha phức hợp và lớp indium hoặc hợp kim indium thứ nhất thu được trong bước (ii) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 500nm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 400nm và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 350nm.

Có thể đợi trong một khoảng thời gian nhất định cho đến khi sự hình thành pha nội kim loại chậm đi hoặc dừng hẳn hoàn toàn trước khi bước (iii) của quy trình theo sáng chế được tiến hành.

Đã thấy rằng lớp dạng pha phức hợp có sự khác đáng kể về các tính chất vật lý của nó so với lớp indium hoặc hợp kim indium thứ nhất mà không cấu thành lớp dạng pha phức hợp và bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại. Lớp dạng pha phức hợp đôi khi có màu khác. Lớp dạng pha phức hợp thường có

thể bóng hơn và/hoặc nhẵn hơn so với mỗi bề mặt nêu trên. Điều phát hiện này chứng tỏ rằng lớp dạng pha phức hợp thường là pha nội kim loại.

Tốt hơn, nếu việc lắng phủ inđi hoặc hợp kim inđi trong bước (ii) được tiến hành bởi quy trình lắng phủ điện phân inđi hoặc hợp kim inđi. Quy trình theo sáng chế tiếp đó bao gồm các bước tiếp theo (iia) tới (ii.c):

ii.a. Tạo ra dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi;

ii.b. Cho tiếp xúc dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi với bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại; và

ii.c. Cấp dòng điện giữa đế và ít nhất một anôt và nhờ đó lắng phủ inđi hoặc hợp kim inđi trên ít nhất một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại của đế.

Bước (ii.a) có thể thuộc giai đoạn bất kỳ trong quy trình theo sáng chế trước bước (ii.b). Bước (ii.b) và bước (ii.c) nằm trong bước (ii) trong quy trình theo sáng chế. Bước (ii.c) thường không được bắt đầu trước bước (ii.b).

Đối với quy trình lắng phủ điện phân inđi hoặc hợp kim inđi nêu trên, dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi được tạo ra. Dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi thông thường bất kỳ có thể được sử dụng. Sự mô tả các dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi có thể tìm thấy trong US 2,458,839, US 8,460,533 và EP 2245216.

Thông thường, dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi chứa ít nhất một nguồn cấp ion inđi và ít nhất một axit và các hợp phần khác tùy ý được chọn từ ít nhất một nguồn cấp ion halogenua, ít nhất một chất hoạt động bề mặt, ít nhất một chất càn hóa cho các ion inđi, ít nhất một chất làm bằng, ít nhất một chất mang, ít nhất một chất làm sáng và ít nhất một nguồn cấp ion kim loại để khử thứ hai.

Đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực là các tính chất của lớp bất kỳ được lắng phủ từ dung dịch mạ, không kể những dấu hiệu khác, phụ thuộc vào các chất phụ gia có trong dung dịch mạ này. Do đó, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ có thể lựa chọn được các chất phụ gia thích hợp cho việc cải thiện các tính chất từ phần mô tả này. Quy

trình theo sáng chế làm tăng độ nhẵn và/hoặc độ bóng của các lớp inđi hoặc hợp kim inđi đối với một dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi nhất định.

Dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi này là dung dịch nước. Thuật ngữ “dung dịch nước” chỉ môi trường lỏng bình thường, mà dung môi trong dung dịch này là nước. Các chất lỏng khác dễ trộn lẫn với nước, ví dụ, các rượu và các chất lỏng hữu cơ phân cực khác dễ trộn lẫn với nước, có thể được bổ sung vào.

Dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi có thể được điều chế bằng cách hoà tan toàn bộ các hợp phần trong môi trường lỏng có nước, tốt hơn là trong nước.

Dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi này chứa ít nhất một nguồn cấp ion inđi. Các nguồn cấp ion inđi thích hợp gồm các muối inđi tan trong nước và các phức chất inđi tan trong nước. Các nguồn cấp ion inđi như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các muối inđi của các axit alkan sulphonic như axit metansulphonic, axit etansulphonic, axit butan sulphonic; các muối inđi của các axit sulphonic thơm như axit benzensulphonic và axit toluensulphonic; các muối của axit sulphamic; các muối sulphat; các muối clorua và bromua của inđi; các muối nitrat; các muối hydroxit; các inđi oxit; các muối floborat; các muối inđi của các axit carboxylic như axit xitric, axit axetoaxetic, axit glyoxylic, axit pyruvic, axit glycolic, axit axit malonic, hydroxamic, axit iminodioxetic, axit salixylic, axit glyxeric, axit succinic, axit malic, axit tartaric, axit hydroxybutyric; các muối inđi của các axit amin như arginin, axit aspartic, asparagin, axit glutamic, glyxin, glutamin, leuxin, lysin, threonin, isoleuxin, và valin. Tốt hơn là, nguồn cấp ion inđi là một một hoặc nhiều trong số các muối inđi của axit sulphuric, axit sulphamic, axit alkan sulphonic, axit sulphonic thơm và axit carboxylic. Tốt hơn nữa là, nguồn cấp ion inđi là một một hoặc nhiều trong số các muối inđi của axit sulphuric và axit alkan sulphonic. Nồng độ của các ion inđi trong dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2,5 đến 100 g/L, tốt hơn nữa là từ 5 đến 50g/L, còn tốt hơn nữa là từ 10 đến 30g/L.

Dung dịch mạ indii hoặc hợp kim indii chứa ít nhất một axit và/hoặc muối của nó để tạo ra độ pH bằng 7 hoặc thấp hơn, tốt hơn là độ pH bằng -1 hoặc nằm trong khoảng từ 0 đến 3. Các axit như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các axit alkan sulphonic như axit metansulphonic, axit etansulphonic; các axit aryl sulphonic như axit benzensulphonic, axit toluensulphonic; axit sulphamic; axit sulphuric; axit clohydric; axit hydrobromic; axit floboric; axit boric; các axit carboxylic như axit xitric, axit axetoaxetic, axit glyoxylic, axit pyruvic, axit glycolic, axit axit malonic, hydroxamic, axit iminodioxetic, axit salixylic, axit glyxeric, axit succinic, axit malic, axit tartaric và axit hydroxybutyric; các axit amin như arginin, axit aspartic, asparagin, axit glutamic, glyxin, glutamin, leuxin, lysin, threonin, isoleuxin và valin. Một hoặc nhiều muối tương ứng của các axit nêu trên cũng có thể được sử dụng. Thông thường, một hoặc nhiều axit trong số các axit alkan sulphonic, các axit aryl sulphonic và các axit carboxylic được sử dụng làm các axit hoặc các muối của nó. Phổ biến hơn, một hoặc nhiều axit trong số các axit alkan sulphonic và các axit aryl sulphonic hoặc các muối tương ứng của chúng được sử dụng. Nồng độ của một hoặc nhiều axit trong số các axit hoặc các muối của nó nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2mol/L, tốt hơn là từ 0,2 đến 1,5mol/L, tốt hơn nữa là từ 0,3 đến 1,25mol/L.

Theo cách khác, dung dịch mạ indii hoặc hợp kim indii có tính kiềm và có độ pH lớn hơn 7. Theo đó, dung dịch mạ indii hoặc hợp kim indii chứa ít nhất một bazơ. Bazơ bất kỳ có thể được sử dụng miễn là nó giải phóng các ion hydroxit trong dung dịch mạ indii hoặc hợp kim indii. Các bazơ thích hợp gồm kiềm hydroxit, kiềm cacbonat và amoniac. Tốt hơn là, dung dịch mạ indii hoặc hợp kim indii có tính axit do việc này sẽ tránh được việc các mặt nạ hàn và các lớp cản quang bị tổn hại.

Dung dịch mạ indii hoặc hợp kim indii tùy ý chứa ít nhất một nguồn cấp ion halogenua. Các nguồn cấp ion halogenua như vậy gồm các muối halogenua hoặc các phức chất halogenua tan trong nước giải phóng các ion halogenua trong môi trường nước. Đặc biệt thích hợp là các muối kiềm halogenua và các

hydro halogenua. Các hydro halogenua cũng có thể đóng vai trò làm axit và, nếu được dùng trong dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi, chúng sẽ có tính năng kép. Các ion clorua là được ưu tiên. Nồng độ của các ion halogenua được chọn phụ thuộc vào nồng độ của các ion indi trong dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi. Nồng độ của các ion halogenua nằm trong khoảng từ 1 đương lượng mol ion halogenua tính theo các ion indi đến 10 đương lượng mol ion halogenua tính theo các ion indi.

Dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi tùy ý chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt. Chất hoạt động bề mặt bất kỳ tương hợp với các hợp phần khác của hỗn hợp này có thể được sử dụng. Ít nhất một chất hoạt động bề mặt tùy ý được chọn từ các chất hoạt động bề mặt không ion, cation, anion và lưỡng tính. Các chất hoạt động bề mặt tùy ý này có mặt trong dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi với lượng thông thường. Tốt hơn là, chúng có mặt trong dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi với lượng nằm trong khoảng từ 0,1g/L đến 20g/L, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5/L đến 10g/L. Chúng là các thùng phẩm có bán và có thể được tạo ra từ các quy trình đã được bộc lộ trong các tài liệu chuyên ngành.

Dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi tùy ý chứa ít nhất một chất càng hóa cho các ion indi. Các chất càng hóa như vậy cho các ion indi bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các axit carboxylic như axit malonic và axit tartric; các axit hydroxy carboxylic như axit xitric và axit malic và các muối của nó. Các chất càng hóa mạnh hơn cho các ion indi như axit etylenđiamin tetraaxetic (EDTA) cũng có thể được sử dụng. Các chất càng hóa cho các ion indi có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng kết hợp có thể được sử dụng. Ví dụ, các lượng khác nhau của chất càng hóa tương đối mạnh, như EDTA có thể được sử dụng kết hợp với các lượng khác nhau của một hoặc nhiều chất càng hóa yếu hơn như axit malonic, axit xitric, axit malic và axit tartric để khống chế lượng indi hiện hữu để mạ điện. Chất càng hóa cho các ion indi có thể được sử dụng với những lượng thông thường. Thông thường, các chất càng

hóa cho các ion indi được sử dụng với các nồng độ nằm trong khoảng từ 0,001mol/L đến 3mol/L.

Theo mô tả trong US 2,458,839, glucoza có thể được bổ sung vào để nâng cao công suất làm việc của dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi và/hoặc độ mịn của lớp indi hoặc hợp kim indi được tạo ra.

Dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi tùy ý chứa ít nhất một chất làm bằng. Các chất làm bằng bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các polyalkylen glycol ete. Các ete như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, dimetyl polyetylen glycol ete, đi-butyl polyetylen glycol ete bậc ba, polyetylen/polypropylen dimetyl ete (hỗn hợp hoặc copolyme khối), và octyl monometyl polyalkylen ete (hỗn hợp hoặc copolyme khối). Các chất làm bằng này được có mặt với lượng thông thường. Thông thường, các chất làm bằng này có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 100µg/L đến 500µg/L.

Dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi tùy ý chứa ít nhất một chất mang. Các chất mang bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, phenanthrolin và các dẫn xuất của nó như 1,10-phenantrolin; trietanolamin và các dẫn xuất của nó như trietanolamin lauryl sulphat; natri lauryl sulphat và etoxylated amoni lauryl sulphat; polyetylenimin và các dẫn xuất của nó như hydroxypropylpolyenimin (HPPEI-200); và các polyme đã alkoxy hóa. Các chất mang này có mặt trong dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi với lượng thông thường. Thông thường, các chất mang có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 200mg/L đến 5000mg/L.

Dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi tùy ý chứa ít nhất một chất làm sáng. Các chất làm sáng bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, 3-(benzthiazolyl-2-thio)-propylsulphonic-axit, axit 3-mercaptopropan-1-sulphonic, etylendithiodipropylsulphonic-axit, bis-(p-sulphophenyl)-disulphua, bis-(ω-sulphobutyl)-disulphua, bis-(ω-sulphohydroxypropyl)-disulphua, bis-(ω-sulphopropyl)-disulphua, bis-(ω-sulphopropyl)-sulphua, metyl-(ω-sulphopropyl)-disulphua, metyl-(ω-sulphopropyl)-trisulphit, O-etyl-dithiocacbonic-axit-S-(ω-sulphopropyl)-este, thioglycol-axit, thiophosphoric-axit-O-etyl-bis-(ω-sulphopropyl)-este, axit 3-N,N-dimetylaminodithiocarbamoyl-1-propan-

sulphonic, 3,3'-thiobis(axit 1-propansulphonic), thiophosphoric-axit-tris-(ω -sulphopropyl)-este và các muối tương ứng của chúng. Thông thường, các chất làm sáng có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,01mg/l đến 100mg/l, tốt hơn là từ 0,05mg/l đến 10mg/l.

Dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi tùy ý chứa ít nhất một nguồn cấp ion kim loại dễ khử thứ hai. Các ion kim loại dễ khử là các ion kim loại mà có thể bị khử trong các điều kiện đã được đề xuất và do đó, chúng được lắng phủ cùng với indi tạo ra hợp kim indi. Tốt hơn, nếu nguồn cấp ion kim loại dễ khử thứ hai này được chọn từ nhóm bao gồm nhôm, bismut, đồng, gali, vàng, chì, niken, bạc, thiếc, vonfram và kẽm. Tốt hơn nữa là, nó được chọn từ vàng, bismut, bạc và thiếc. Nguồn cấp ion kim loại dễ khử thứ hai này có thể được bổ sung vào dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi dưới dạng các muối kim loại dễ tan trong nước hoặc các phức chất kim loại dễ tan trong nước. Các phức chất và muối kim loại dễ tan trong nước như vậy là đã biết. Nhiều loại này là các thương phẩm có bán hoặc có thể được điều chế từ các mô tả trong các tài liệu chuyên ngành. Các muối kim loại và/hoặc phức chất dễ tan trong nước được bổ sung vào dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi với lượng đủ để tạo ra hợp kim indi có 1% khối lượng đến 5% khối lượng, hoặc như nằm trong khoảng từ 2% khối lượng đến 4% khối lượng của kim loại tạo hợp kim. Thông thường, các muối kim loại dễ tan trong nước được bổ sung vào các chế phẩm indi với lượng sao cho hợp kim indi có từ 1% khối lượng tới 3% khối lượng của kim loại tạo hợp kim.

Lượng kim loại tạo hợp kim chiếm 3% khối lượng hoặc ít hơn có thể cải thiện độ bền chống ăn mòn ở nhiệt độ cao TIM và mức độ thấm ướt và liên kết với đế như chip silic và, đặc biệt là, chip lẹch. Ngoài ra, các kim loại tạo hợp kim như bạc, bismut và thiếc có thể tạo nên các otecti điểm nóng chảy thấp cùng với indi khiến cho chúng hữu ích hơn cho các ứng dụng hàn. Ít nhất một nguồn cấp ion kim loại dễ khử thứ hai tùy ý được có mặt trong các chế phẩm indi với lượng nằm trong khoảng từ 0,01g/L đến 15g/L, hoặc như từ 0,1g/L đến 10g/L, hoặc như từ 1g/L đến 5g/L.

Được ưu tiên là dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi chỉ bao gồm các ion indi và không chủ động bổ sung các ion kim loại dễ khử do việc này tạo điều kiện thuận lợi cho quy trình lắng phủ (không kể các tạp chất vết thường có mặt trong các nguyên liệu loại kỹ thuật). Theo một phương án được ưu tiên của sáng chế các ion kim loại dễ khử là các ion indi chiếm 99% khối lượng hoặc lớn hơn. Điều này nói chung tạo điều kiện thuận lợi cho các quy trình lắng phủ và tẩy mạ do các ion kim loại dễ khử khác có thể có ảnh hưởng đến điện thế của các bước lắng phủ và tẩy mạ riêng rẽ.

Nhiệt độ của dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi trong quy trình theo sáng chế nằm trong khoảng từ điểm nóng chảy đến điểm sôi của dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi. Thông thường, nằm trong khoảng từ -20°C đến 80°C , tốt hơn là từ 5 đến 50°C , tốt hơn nữa là từ 10 đến 40°C , thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15 đến 35°C .

Tốt hơn, nếu dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi được khuấy trong quy trình theo sáng chế. Việc khuấy có thể được tạo ra bởi việc cấp khí như không khí hoặc các khí trơ, việc cấp chất lỏng như các chất lỏng để bổ sung cho các hợp phần của dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi, việc khuấy, việc dịch chuyển ít nhất một đế hoặc ít nhất một điện cực trong dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi hoặc bởi cách thức khác bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại có thể được cho tiếp xúc với dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi bởi cách thức bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Tốt hơn là, nó được cho tiếp xúc bằng cách nhúng đế vào trong dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi để tạo điều kiện thuận lợi cho quy trình này.

Sau đó, việc lắng phủ indi hoặc hợp kim indi được thực hiện trong bước (ii.c).

ii.c. cấp dòng điện giữa đế và ít nhất một anốt.

Việc lắng phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi trong bước (ii) là quy trình lắng phủ indi thể tĩnh sử dụng điện áp catot cao hơn điện áp mạch hở.

Điện áp được ưu tiên cho việc lắng phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi nằm trong khoảng từ -0,8 đến -1,4V, thậm chí còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -0,85V đến -1,3V, phần nào còn tốt hơn nữa là từ -0,9 đến -1,2V.

Thời gian dùng cho việc phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi tùy thuộc vào nhiều yếu tố khác nhau như dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi, nhiệt độ và điện áp được sử dụng cho việc lắng phủ. Tốt hơn, thời gian dùng cho việc phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi nằm trong khoảng từ 0,1 đến 60 giây, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 45 giây, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 30 giây. Khoảng thời gian này là đủ để tạo ra lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất trên bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại mà sau đó ngay lập tức dẫn đến sự hình thành của lớp dạng pha phức hợp của indi hoặc hợp kim indi đã được lắng phủ và bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại. Thời gian mạ càng dài (mặc dù không khả thi) khiến cho các lớp indi hoặc hợp kim indi đầu tiên càng dày không mang lại hiệu quả có ích bất kỳ mà phải bị loại bỏ trong bước (iii) sau đó. Thời gian mạ quá dài cũng dẫn đến sự hình thành các cấu trúc indi hoặc hợp kim indi dạng đảo có trị số độ nhám cao (trừ khi chúng được loại bỏ ở bước sau đó).

Tốt hơn là, các anot indi dễ hòa tan được sử dụng trong quy trình theo sáng chế do chúng được sử dụng để bổ sung các ion indi và do vậy duy trì nồng độ của các ion nêu trên ở mức độ có thể chấp nhận được cho việc lắng phủ indi một cách hiệu quả.

Tiếp theo, trong bước (iii), phần không cấu thành lớp dạng pha phức hợp của lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất được loại bỏ một phần hoặc hoàn toàn. Trên Fig.1D, việc loại bỏ hoàn toàn lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất mà không cấu thành lớp dạng pha phức hợp được thể hiện. Đế (100) có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại (không được tô đậm trong hình vẽ này) được phủ bởi lớp dạng pha phức hợp (102).

Bề mặt được tạo ra trong bước (iii) (102a), khác biệt ở chỗ, nó ít nhám hơn so với lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất (ví dụ, (103) trên Fig.1C).

Tốt hơn, nếu việc loại bỏ ít nhất một phần không cấu thành lớp dạng pha phức hợp của lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất trong bước (iii) được thực hiện bởi quy trình tẩy mạ điện phân. Thuật ngữ "tẩy mạ" được dùng trong bản mô tả này chỉ sự phân hủy điện hóa indi kim loại hoặc hợp kim indi của các lớp indi hoặc hợp kim indi biến đổi nó thành các ion indi hòa tan (và có thể là cả các ion khác nếu hợp kim indi được tẩy mạ). Việc tẩy mạ (ít nhất một phần của) lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất mà không cấu thành lớp dạng pha phức hợp được thực hiện bởi quy trình tẩy mạ điện tĩnh hoặc quy trình tẩy mạ thể tĩnh. Tốt hơn là, quy trình tẩy mạ thể tĩnh được sử dụng bởi vì điều này cho phép giảm đến mức tối thiểu nguy cơ tẩy mạ không mong muốn lớp dạng pha phức hợp được tạo thành trong bước (ii), đặc biệt khi pha nội kim loại được tạo ra. Có lợi, nếu lớp dạng pha phức hợp được tạo ra trong bước (ii) là pha nội kim loại, nguy cơ tẩy mạ không mong muốn được giảm bớt do điện thế cần thiết cho việc tẩy mạ pha nội kim loại thường là có tính anot hơn so với điện thế cần thiết cho việc tẩy mạ indi hoặc hợp kim indi. Điều này cho phép tạo điều kiện thuận lợi cho việc kiểm soát quy trình. Do vậy, được ưu tiên nếu lớp dạng pha phức hợp hầu như không được loại bỏ trong bước (iii) của quy trình này. Theo sáng chế, việc hầu như không được loại bỏ được hiểu là trên 90% khối lượng của lớp dạng pha phức hợp vẫn còn lại sau bước (iii), tốt hơn nữa là trên 95% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa là trên 99% khối lượng, đặc biệt tốt là toàn bộ lớp dạng pha phức hợp vẫn còn lại sau bước (ii).

Có lợi là việc sử dụng quy trình tẩy mạ thể tĩnh tạo điều kiện thuận lợi cho quy trình theo sáng chế và làm cho nhu cầu về việc kiểm soát quy trình nghiêm ngặt (như kiểm soát thời gian) của bước này là không cần thiết.

Như nêu trên, điện áp cần thiết để loại bỏ lớp dạng pha phức hợp, đặc biệt là đối với pha nội kim loại, có thể anot cao hơn so với điện áp cần thiết để tẩy mạ indi.

Thông thường, quy trình tẩy mạ thể tĩnh sử dụng điện áp nằm trong khoảng từ 0 đến -0,6V, tốt hơn là từ -0,2 đến -0,4V.

Khoảng thời gian cần thiết của quy trình tẩy mạ tùy thuộc vào nhiều thông số khác nhau như lượng indi hoặc hợp kim indi cần được loại bỏ (tức là, chiều dày lớp indi hoặc hợp kim indi) và điện áp được cấp. Tốt hơn, nếu khoảng thời gian của quy trình tẩy mạ điện phân nằm trong khoảng từ 0,1 giây đến khi loại bỏ hầu như hoàn toàn indi không cấu thành lớp dạng pha phức hợp. Khái niệm "hầu như hoàn toàn indi" dùng trong bản mô tả chỉ việc indi không cấu thành lớp dạng pha phức hợp được loại bỏ với lượng 90% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn là 95% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 99% khối lượng hoặc lớn hơn. Sẽ tốt hơn nếu trong bước (iii), loại bỏ ít đặc biệt là 90% khối lượng indi hoặc hợp kim indi không cấu thành lớp dạng pha phức hợp; được ưu tiên hơn nếu indi hoặc hợp kim indi được loại bỏ với lượng 95% khối lượng hoặc lớn, thậm chí tốt hơn nữa nếu indi hoặc hợp kim indi được loại bỏ với lượng 99% khối lượng hoặc lớn hơn trong bước (iii). Bước này, đặc biệt là trong trường hợp các pha nội kim loại được tạo ra được thực hiện khi dòng anot giảm (đo được bằng điện thế kế). Thông thường, 0,1 tới 60 giây là đủ; 1 tới 45 giây là được ưu tiên áp dụng. Tốt hơn nữa là, khoảng thời gian của quy trình tẩy mạ điện phân nằm trong khoảng từ 5 đến 30 giây.

Tốt hơn là, độ dày dưới 40nm của indi hoặc hợp kim indi không cấu thành lớp dạng pha phức hợp còn lại sau bước (iii), tốt hơn nữa là dưới 20nm, thậm chí tốt hơn nữa là dưới 15nm, thậm chí còn tốt hơn nữa là dưới 5nm, đặc biệt tốt là dưới 3nm. Tốt đặc biệt là, toàn bộ indi hoặc hợp kim indi không cấu thành lớp dạng pha phức hợp được loại bỏ trong bước (iii). Tiếp theo, trong bước (iv), lớp indi hoặc hợp kim indi thứ hai được lắng phủ trên ít nhất một phần của bề mặt đã được tạo ra trong bước (iii).

Điều này được minh họa trên Fig.1E. Để có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại đầu tiên được phủ bởi lớp dạng pha phức hợp (102) và sau đó bởi lớp indi hoặc hợp kim indi thứ hai (104) được tạo ra trên bề mặt được tạo ra trong bước (iii) (trên hình vẽ này nó tương ứng với bề mặt của lớp dạng pha phức hợp).

Việc lắng phủ indium hoặc hợp kim indium trong bước (iv) có thể được thực hiện theo cách thức bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Việc lắng phủ indium hoặc hợp kim indium trong bước (iv) được tiến hành bằng cách lắng phủ điện phân, lắng phủ không dùng điện, lắng phủ bốc hơi hoá học hoặc lắng phủ bốc hơi vật lý. Các dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium không điện hữu ích, ví dụ, đã được mô tả trong US 5,554,211 (A).

Tốt hơn là, việc lắng phủ lớp indium hoặc hợp kim indium thứ hai trong bước (iv) được tiến hành bằng cách lắng phủ điện phân. Điều này cho phép tất cả các bước lắng phủ và loại bỏ indium hoặc hợp kim indium của quy trình tổng thể được tiến hành trong một dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium duy nhất. Được ưu tiên nếu thực hiện tất cả các bước lắng phủ và loại bỏ indium hoặc hợp kim indium lắng phủ của quy trình tổng thể theo sáng chế trong một dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium duy nhất do điều này khiến cho quy trình tổng thể có hiệu quả hơn như, ví dụ, rút ngắn dây chuyền sản xuất.

Tương tự như trong bước (ii), bước (iv) có thể chỉ gồm các bước tương tự (iv.a) tới (iv.c) tương ứng với hoặc giống hệt với các bước (ii.a) tới (ii.c). Như nêu trên, tốt hơn, nếu dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium ở các bước (ii.a) và (iv.a) là như nhau. Ngoài ra, để có thể nằm lại trong dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium đối với tất cả các bước lắng phủ và loại bỏ indium hoặc hợp kim indium lắng phủ (bao gồm các bước (ii) và (iv)).

Tốt hơn là, việc lắng phủ điện phân lớp indium hoặc hợp kim indium thứ hai được thực hiện bởi quy trình lắng phủ thể tích sử dụng điện áp catot cao hơn điện áp mạch hở.

Điện áp được ưu tiên cho việc lắng phủ điện phân lớp indium hoặc hợp kim indium thứ hai trong bước (iv) nằm trong khoảng từ -0,8 đến -1,4V, thậm chí còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -0,85V đến -1,3V, phần nào còn tốt hơn nữa là từ -0,9 đến -1,2V.

Tốt hơn, nếu khoảng thời gian cho việc lắng phủ điện phân lớp indium hoặc hợp kim indium thứ hai trong bước (iv) nằm trong khoảng từ 0,1 giây cho

đến khi đạt được chiều dày mong muốn của lớp indi. Tốt hơn, nếu khoảng này là từ 2 tới 60 giây, tốt hơn nữa là từ 5 tới 30 giây.

Theo một phương án được ưu tiên của sáng chế, việc lắng phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi trong bước (ii) và bước (iv) được thực hiện bởi quy trình lắng phủ indi thể tĩnh sử dụng điện áp catot cao hơn điện áp mạch hở. Tốt hơn nữa là, điện áp được sử dụng cho việc lắng phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi trong bước (ii) và điện áp được sử dụng cho việc lắng phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi trong bước (iv) là như nhau do điều này tạo điều kiện thuận lợi cho việc kiểm soát quy trình.

Tùy ý, quy trình theo sáng chế còn bao gồm các bước (v) và (vi):

- v. loại bỏ một phần hoặc toàn bộ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ hai;
- vi. lắng phủ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ ba trên ít nhất một phần bề mặt được tạo ra trong bước (v).

Các bước (v) và (vi) cũng được có mặt trong quy trình này sau khi bước (iv) đã hoàn thành. Theo sáng chế này, cũng có khả năng là việc lặp lại các bước (v) và (vi) nhiều lần và do vậy tạo ra các lớp hợp kim indi thứ tư, thứ năm hoặc cao hơn cho đến khi đạt được chiều dày mong muốn của pha nội kim loại và lớp indi hoặc hợp kim indi. Được ưu tiên nếu loại bỏ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ hai (hoặc lớp indi hoặc hợp kim indi có thứ tự cao hơn bất kỳ) chỉ một phần để kết cấu lớp lắng phủ indi hoặc hợp kim indi. Thuật ngữ "một phần" có nghĩa là ít đặc biệt là 20% khối lượng hoặc 40% khối lượng hoặc 60% khối lượng hoặc 80% khối lượng của indi hoặc hợp kim indi đã được lắng phủ trong bước (iv) nằm lại trên bề mặt đã được cải biến.

Các thông số đã nêu cho bước (iii) là hữu ích cho bước (v) (hoặc sự lặp lại bất kỳ của nó). Ngoài ra, các thông số cho bước (iv) có thể được sử dụng cho bước (vi) (hoặc sự lặp lại bất kỳ của nó).

Tốt hơn, nếu chiều dày tổng cộng của lớp dạng pha phức hợp và tất cả các lớp indi hoặc hợp kim indi trên nó nằm trong khoảng từ 1 đến 1000nm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 800nm, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 100 to 500nm.

Tốt hơn nếu quy trình bao gồm các bước dưới đây được tiến hành theo thứ tự:

- i. tạo ra để có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại;
- i.a. tùy ý, xử lý sơ bộ ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại;
- ii. lắng phủ điện phân lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất trên ít nhất một phần của bề mặt này nhờ đó lớp dạng pha phức hợp được cấu thành bởi một phần của kim loại hoặc hợp kim kim loại của bề mặt này và một phần của lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất;
- iii. tẩy mạ điện phân một phần hoặc toàn bộ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất không cấu thành lớp dạng pha phức hợp;
- iv. lắng phủ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ hai trên ít nhất một phần của bề mặt đã được tạo ra trong bước (iii);
- v. tùy ý, tẩy mạ điện phân một phần hoặc toàn bộ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ hai; và
- vi. tùy ý, lắng phủ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ ba trên ít nhất một phần của bề mặt được tạo ra trong bước (v).

Tốt hơn nữa là, việc lắng phủ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ hai được thực hiện bằng cách lắng phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi trong bước (iv) Điều này cũng áp dụng cho việc tạo ra sự lắng phủ indi hoặc hợp kim indi tiếp (như bước (vi) và các bước khác).

Fig.2 là hình vẽ dạng sơ đồ đường đặc tuyến dòng điện-điện áp. Trong đường đặc tuyến này, khoảng điện áp được ưu tiên cho việc lắng phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi và tẩy mạ nó được mô tả.

Quá trình điện phân lắng phủ indi hoặc hợp kim indi được ưu tiên trong bước (ii) và/hoặc bước (iv) được thực hiện bởi các quy trình lắng phủ indi điện tĩnh sử dụng điện áp catot cao hơn điện áp mạch hở. Tốt hơn là, điện áp được sử dụng cho việc lắng phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi nằm trong khoảng từ giá trị nhỏ nhất của đường đặc tuyến dòng điện-điện áp đến điểm uốn catot bên trên của đường đặc tuyến dòng điện-điện áp hoặc giá trị cực bộ tối đa của catot bên trên. Giá trị nhỏ nhất của đường đặc tuyến này có tính catot cao hơn

so với điện áp mạch hở. Bằng cách lựa chọn điện áp trong khoảng xác định nêu trên, mức độ tạo ra hydro được giảm đến mức tối thiểu khiến cho quy trình tổng thể hiệu quả hơn.

Điện áp cần thiết cho việc loại bỏ lớp dạng pha phức hợp, đặc biệt là pha nội kim loại, có thể anốt cao hơn so với điện áp cần thiết để tẩy mạ indi. Tốt hơn là, quy trình tẩy mạ thể tĩnh có điện áp anốt cao hơn điện áp mạch hở được sử dụng. Tốt hơn, nếu điện áp của quy trình tẩy mạ thể tĩnh nằm trong khoảng từ điện áp mạch hở của điểm giao cắt (có thể anốt cao hơn so với điện áp mạch hở) của đường đặc tuyến dòng điện-điện áp với trục điện áp hoặc giá trị cục bộ tối thiểu. Khoảng được ưu tiên này cho phép tẩy mạ chọn lọc lớp indi hoặc hợp kim indi mà không cần đến việc loại bỏ lớp dạng pha phức hợp (hoặc pha nội kim loại) là cần thiết cho việc lắng phủ các lớp indi nhẵn.

Điều bất ngờ đã nhận thấy là việc lắng phủ indi hoặc hợp kim indi trên lớp dạng pha phức hợp và đặc biệt là trên pha nội kim loại sẽ tạo ra các lớp lắng phủ indi hoặc hợp kim indi nhẵn. Sự hình thành các cấu trúc dạng đảo có thể được giảm một cách đáng kể hoặc tránh được một cách hoàn toàn (các ví dụ so sánh 1 và 2). Các lớp lắng phủ indi hoặc hợp kim indi là hữu ích cho nhiều ứng dụng, đặc biệt là trong các ngành công nghiệp điện tử như các ứng dụng chip lệch và trong việc tạo ra các mối nối hàn.

Một ưu điểm của sáng chế này là chỉ cần duy nhất một dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi để tiến hành toàn bộ quy trình theo sáng chế. Bằng cách thay đổi điện áp (và nhờ vậy thay đổi chế độ lắng phủ/tẩy mạ), toàn bộ quy trình theo sáng chế có thể được tiến hành trong một dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi duy nhất.

Tùy ý, quy trình theo sáng chế còn bao gồm các bước rửa và làm khô. Việc rửa thường được thực hiện với các dung môi như nước. Việc làm khô có thể được thực hiện bởi cách thức bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này như đưa các đế vào dòng không khí nóng hoặc để chúng vào các lò nóng.

Quy trình theo sáng chế là hữu ích để tạo ra sản phẩm có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại có kết cấu theo thứ tự:

a) ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại, ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại này cấu thành bởi một hoặc nhiều kim loại được chọn từ nhóm bao gồm niken, coban, ruteni hoặc hợp kim của kim loại bất kỳ trong số các kim loại này;

b) lớp dạng pha phức hợp được cấu thành bởi indium hoặc hợp kim indium và kim loại hoặc hợp kim kim loại từ bề mặt nêu trên được tạo ra; và

c) một hoặc nhiều lớp một indium hoặc hợp kim indium được tạo ra bởi quy trình theo sáng chế.

Các đế gồm các cụm lớp nêu trên còn được gọi là “đế đã được hoàn thiện”.

Tốt hơn là, các đế đã được hoàn thiện gồm pha nội kim loại được làm từ indium hoặc hợp kim indium và kim loại hoặc hợp kim kim loại từ bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại của đế.

Tốt hơn, nếu một hoặc nhiều lớp một indium hoặc hợp kim indium kết hợp với lớp dạng pha phức hợp trong các đế đã được hoàn thiện có chiều dày nằm trong khoảng từ 1 đến 1000nm, tốt hơn nữa là từ 50 đến 800nm, thậm chí tốt hơn nữa là từ 100 đến 500nm. Các sản phẩm đã được hoàn thiện được sản xuất bởi quy trình theo sáng chế.

Các ví dụ dưới đây không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế minh họa sáng chế này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các phương pháp chung

Các mẫu là các tấm Ni hoặc các tấm đồng mạ Ni đã được sử dụng mà đã được tạo dải bằng Galvano-Tape (*vinyl tape 471, của hãng 3M Corp.*) thành vùng có kích thước mong muốn.

Bề mặt niken của đế (được gọi là “mẫu”) có diện tích 4cm². Trước khi lắng phủ indium hoặc hợp kim indium trên nó, các mẫu được làm sạch và khắc ăn mòn bởi phương tiện thông thường, tức là tẩy dầu mỡ và làm sạch gỉ mềm bằng dung dịch HCl 10%. Việc hoạt hóa mạnh bề mặt Ni, mà thường được

thực hiện bằng cách mạ lót Ni là không cần thiết trong trường hợp này do việc xử lý các mẫu trong dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi có tính axit đủ để hoạt hóa bề mặt Ni. Sau lần rửa cuối bằng nước đã được khử ion, các mẫu này sẵn sàng để sử dụng.

Phân tích điện hóa (liên quan tới bước xác định điện áp mạch hở)

Bộ ổn áp Autolab (Metrohm) được điều khiển bởi phần mềm Nova đã được sử dụng làm nguồn điện cho nghiên cứu điện hóa. Các đường đặc tuyến dòng điện theo điện áp được ghi lại nhờ sử dụng ba điện cực được thiết lập với tốc độ quét 10 mV/s so với đôi chứng Ag^+/AgCl .

Độ nhám bề mặt

Địa hình của các lớp indi hoặc hợp kim indi được đặc tả bằng giao thoa kế ánh sáng trắng (Atos GmbH). Kích thước ảnh dùng để xác định độ nhám bề mặt có diện tích $60 \times 60 \mu\text{m}$. Độ nhám bề mặt được tính toán bởi phần mềm NanoScope Analysis. Các trị số được nội suy từ dữ liệu địa hình đã được đưa ra tương ứng với độ nhám trung bình, S_a . Độ nhám bề mặt được đo ở chính giữa của mẫu nơi mà độ nhám thường có sự khác biệt nhất.

Chiều dày lớp

Chiều dày lớp được đo ở 5 điểm của mỗi đế bằng XRF nhờ sử dụng thiết bị XRF instrument Fischerscope XDV-SDD (Helmut Fischer GmbH, Germany). Bằng cách giả định cấu trúc dạng lớp của lớp lắng phủ, có thể tính toán được chiều dày lớp từ các dữ liệu XRF.

Ví dụ 1 (so sánh)

Dung dịch mạ indi hoặc hợp kim indi trong nước chứa 105g/L indi sulphat, 150g/L natri sulphamat, 26,4g/L axit sulphamic, 45,8g/L natri clorua, 8,0g/L glucoza và 2,3g/L trietanolamin được điều chế bằng cách hoà tan tất cả các hợp phần trong nước đã được khử ion.

Trên Fig.3, đường đặc tuyến dòng điện-điện áp của dung dịch mạ nêu trên được mô tả, khi được áp dụng trực tiếp cho mẫu. Đường đặc tuyến dòng điện-điện áp này được sử dụng để xác định điện áp làm việc hữu ích đối với quy trình lắng phủ indium mà đã xác định được là -1,1V.

Sau đó, để có bề mặt niken (mẫu) được ngâm vào dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium nêu trên ở 20°C để lắng phủ indium trên nó. Điện áp của quy trình lắng phủ này là -1,1V. Quy trình lắng phủ được tiếp tục cho đến khi điện lượng là 0,55 C/cm² được áp dụng. sau đó mẫu này được lấy ra khỏi dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium, được rửa và làm khô.

Sau quy trình lắng phủ indium này, mẫu được phân tích. Bề mặt của mẫu có độ nhám trung bình $S_a = 180\text{nm}$. Bề mặt có vẻ bên ngoài mờ xỉn, không bóng. Từ địa hình bề mặt (Fig. 4A), có thể thấy rằng bề mặt có các cấu trúc dạng đảo. Có nhiều cấu trúc có độ cao cỡ vài trăm nanomet (hoặc thậm chí là trên 1µm) và nhiều vùng mà ở đó không có hoặc có quá ít indium được lắng phủ.

Ví dụ 2 (sáng chế)

Để có bề mặt niken (mẫu) được ngâm vào dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium của ví dụ 1 ở 20°C để lắng phủ indium trên nó. Điện áp của quy trình lắng phủ này là -1,1V (bước (ii)). Sau 15 giây, điện áp được thay đổi thành -0,3V để tẩy mạ indium ra khỏi lớp dạng pha phức hợp (bước (iii)). Ngay khi dòng điện trở nên không đổi chứng tỏ rằng hầu như toàn bộ indium không tạo ra lớp dạng pha phức hợp đã được loại bỏ, điện áp được thay đổi thành -1,1V một lần nữa. Quy trình lắng phủ được tiếp tục cho đến khi tổng điện lượng là 0,55C/cm² được áp dụng (bước (iv)). Sau đó, mẫu được lấy ra khỏi dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium, được rửa và được làm khô.

Từ đường đặc tuyến dòng điện-điện áp được mô tả trên Fig.3, điện áp làm việc hữu ích đối với việc lắng phủ và tẩy mạ indium có thể thu được. Sau quy trình lắng phủ indium này, mẫu được phân tích. Từ việc đánh giá bằng mắt, đã thấy rằng bề mặt đều hơn nhiều và ít đục hơn nhiều so với mẫu bề mặt thu được ở ví dụ so sánh 1. Bề mặt của mẫu có độ nhám trung bình $S_a = 111\text{nm}$.

Từ địa hình bề mặt, có thể thấy rằng bề mặt đồng nhất hơn nhiều so với bề mặt của so sánh Ví dụ. Cấu trúc dạng đảo không được tạo ra bởi vì inđi đã được lắng phủ trên lớp dạng pha phức hợp.

Ví dụ 3 (so sánh)

Quy trình được tóm tắt trong ví dụ 1 được lặp lại và inđi được lắng phủ trên để có bề mặt ruteni. Đường đặc tuyến dòng điện-điện áp được sử dụng để xác định điện áp làm việc hữu ích cho quá trình lắng phủ inđi mà đã xác định được là -1,4V trong trường hợp này. Nói cách khác, các thông số tương tự và dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi trong nước tương tự như ở ví dụ 1 được sử dụng. Bề mặt của mẫu có độ nhám trung bình $S_a = 75,3\text{nm}$ và mức gia tăng diện tích bề mặt tương đối (RSAI) là 13,7%.

Ví dụ 4 (sáng chế)

Quy trình được tóm tắt trong ví dụ 2 được lặp lại và inđi được lắng phủ trên để có bề mặt ruteni. Đường đặc tuyến dòng điện-điện áp được sử dụng để xác định điện áp làm việc hữu ích cho quá trình lắng phủ inđi mà đã xác định được là -1,4V trong trường hợp này. Nói cách khác, các thông số tương tự và dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi trong nước tương tự như ở ví dụ 2 được sử dụng. Bề mặt của mẫu có độ nhám trung bình $S_a = 49,1\text{nm}$ và mức gia tăng diện tích bề mặt tương đối (RSAI) là 3,1%.

Độ nhám trung bình thu được ở ví dụ theo sáng chế này là nhỏ hơn khoảng 35% so với giá trị thu được từ ví dụ so sánh tương ứng 3.

Ví dụ 5 (so sánh)

Quy trình được tóm tắt trong ví dụ 1 được lặp lại và inđi được lắng phủ trên để có bề mặt CoWP (hợp kim coban vonfram phospho). Đường đặc tuyến dòng điện-điện áp được sử dụng để xác định điện áp làm việc hữu ích cho quá trình lắng phủ inđi mà đã xác định được là -1,2V trong trường hợp này. Nói cách khác, các thông số tương tự và dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi trong

nước tương tự như ở ví dụ 1 được sử dụng. Bề mặt của mẫu có độ nhám trung bình $S_a = 80\text{nm}$.

Ví dụ 6 (sáng chế)

Quy trình được tóm tắt trong ví dụ 2 được lặp lại và indium được lắng phủ trên để có bề mặt CoWP (hợp kim coban vonfram phospho). Đường đặc tuyến dòng điện-điện áp được sử dụng để xác định điện áp làm việc hữu ích cho quá trình lắng phủ indium mà đã xác định được là $-1,2\text{V}$ trong trường hợp này. Nói cách khác, các thông số tương tự và dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium trong nước tương tự như ở ví dụ 2 được sử dụng. Bề mặt của mẫu có độ nhám trung bình $S_a = 61\text{nm}$.

Độ nhám trung bình thu được ở ví dụ theo sáng chế này là nhỏ hơn khoảng 24% so với giá trị thu được từ ví dụ so sánh tương ứng 5.

Ví dụ 7 (so sánh)

Quy trình được tóm tắt trong ví dụ 5 được lặp lại và indium được lắng phủ trên để có bề mặt CoWP (hợp kim coban vonfram phospho) nhưng điện áp làm việc cho quá trình lắng phủ indium được thiết lập là $-1,4\text{V}$ trong trường hợp này. Nói cách khác, các thông số tương tự và dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium trong nước tương tự như ở ví dụ 5 được sử dụng. Bề mặt của mẫu có độ nhám trung bình $S_a = 64\text{nm}$.

Ví dụ 8 (sáng chế)

Quy trình được tóm tắt trong ví dụ 6 được lặp lại và indium được lắng phủ trên để có bề mặt CoWP (hợp kim coban vonfram phospho) nhưng điện áp làm việc cho quá trình lắng phủ indium được thiết lập là $-1,4\text{V}$ trong trường hợp này. Nói cách khác, các thông số tương tự và dung dịch mạ indium hoặc hợp kim indium trong nước tương tự như ở ví dụ 6 được sử dụng. Bề mặt của mẫu có độ nhám trung bình $S_a = 39\text{nm}$.

Độ nhám trung bình thu được ở ví dụ theo sáng chế này là nhỏ hơn khoảng 39% so với giá trị thu được từ ví dụ so sánh tương ứng 7.

Ví dụ 9 (so sánh)

Quy trình được tóm tắt trong ví dụ 1 được lặp lại và inđi được lắng phủ trên để có bề mặt paladi. Đường đặc tuyến dòng điện-điện áp được sử dụng để xác định điện áp làm việc hữu ích cho quá trình lắng phủ inđi mà đã xác định được là -1,2V trong trường hợp này. Nói cách khác, các thông số tương tự và dung dịch mạ inđi hoặc hợp kim inđi trong nước tương tự như ở ví dụ 1 được sử dụng. Bề mặt của mẫu có độ nhám trung bình $S_a = 30,3\text{nm}$.

Ví dụ 10 (sáng chế)

Quy trình được tóm tắt trong ví dụ 2 được lặp lại và inđi được lắng phủ trên để có bề mặt paladi. Đường đặc tuyến dòng điện-điện áp được sử dụng để xác định điện áp làm việc hữu ích cho quá trình lắng phủ inđi mà đã xác định được là -1,2V trong trường hợp này. Nói cách khác, các thông số tương tự và dung dịch chứa inđi hoặc hợp kim inđi trong nước tương tự như ở ví dụ 2 được sử dụng. Bề mặt của mẫu có độ nhám trung bình $S_a = 28,7\text{nm}$. Nếu điện áp làm việc được thiết lập là -1,3V, thì độ nhám trung bình $S_a = 27,8\text{nm}$.

Độ nhám trung bình thu được trong ví dụ theo sáng chế này lần lượt nhỏ hơn khoảng 5,5% và 9% so với giá trị thu được từ ví dụ so sánh tương ứng 9.

Các phương án khác của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực trên cơ sở xem xét Phần mô tả này hoặc thực hiện sáng chế đã được mô tả. Điều được dự định là Phần mô tả và Ví dụ thực hiện sáng chế chỉ được đưa ra nhằm mục đích minh họa, cùng với phạm vi thực sự của sáng chế được xác định bởi Yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Yêu cầu bảo hộ

1. Quy trình lắng phủ indi hoặc hợp kim indi bao gồm các bước:

i. tạo ra để có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại, bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại cấu thành bởi một hoặc nhiều kim loại được chọn từ nhóm bao gồm niken, coban, ruteni hoặc hợp kim của kim loại bất kỳ trong số các kim loại này;

ii. lắng phủ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất trên ít nhất một phần của bề mặt nêu trên, nhờ đó lớp dạng pha phức hợp được cấu thành bởi một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại và một phần của lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất;

iii. loại bỏ toàn bộ phần không cấu thành lớp dạng pha phức hợp của lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất, trong đó lớp dạng pha phức hợp hầu như không được loại bỏ trong bước (iii) của quy trình này, trong đó việc hầu như không được loại bỏ này được hiểu là trên 90% khối lượng của lớp dạng pha phức hợp vẫn còn lại sau bước (iii);

iv. lắng phủ lớp indi hoặc hợp kim indi thứ hai trên ít nhất một phần của bề mặt đã được tạo ra trong bước (iii).

2. Quy trình theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, lớp indi hoặc hợp kim indi thứ nhất trong bước (ii) được tạo ra bằng cách lắng phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi.

3. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, việc lắng phủ indi hoặc hợp kim indi trong bước (iv) được tiến hành bằng cách lắng phủ điện phân, lắng phủ không dùng điện, lắng phủ bốc hơi hoá học hoặc lắng phủ bốc hơi vật lý.

4. Quy trình theo điểm 3, khác biệt ở chỗ, việc lắng phủ indi hoặc hợp kim indi trong bước (iv) được thực hiện bởi quy trình lắng phủ điện phân indi hoặc hợp kim indi.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, việc loại bỏ lớp inđi hoặc hợp kim inđi thứ nhất mà không cấu thành lớp dạng pha phức hợp được thực hiện bởi quy trình tẩy mạ điện tĩnh hoặc quy trình tẩy mạ thể tĩnh.

6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm bước:

- xác định điện áp mạch hở.

7. Quy trình theo điểm 5 hoặc 6, khác biệt ở chỗ, quy trình tẩy mạ thể tĩnh có điện áp anot cao hơn điện áp mạch hở được sử dụng để loại bỏ lớp inđi hoặc hợp kim inđi thứ nhất mà không cấu thành lớp dạng pha phức hợp.

8. Quy trình theo điểm 7, khác biệt ở chỗ, việc lắng phủ điện phân inđi hoặc hợp kim inđi trong bước (ii) và bước (iv) được thực hiện bởi quy trình lắng phủ inđi thể tĩnh bằng cách sử dụng điện áp catot cao hơn điện áp mạch hở.

9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, để được chọn từ bản mạch in, để bán dẫn, để IC, để mang chip, để mang mạch điện, bộ phận nối điện và bộ phận hiển thị.

10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, ít nhất một bề mặt hợp kim được cấu thành bởi hai hoặc nhiều kim loại nêu trên hoặc một hoặc nhiều kim loại nêu trên cùng với phospho, bo hoặc phospho và bo hoặc của các nitrua và các silicua tương ứng của các kim loại nêu trên.

11. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại cấu thành bởi niken hoặc một trong số các hợp kim niken được chọn từ nhóm bao gồm hợp kim niken phospho, hợp kim niken bo, hợp kim niken vonfram phospho, hợp kim niken vonfram bo, hợp kim

niken vonfram phospho bo, hợp kim niken molypden phospho, hợp kim niken molypden bo, hợp kim niken molypden phospho bo, hợp kim niken mangan phospho, hợp kim niken mangan bo và hợp kim niken mangan phospho bo.

12. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, chiều dày tổng cộng của lớp dạng pha phức hợp và tất cả các lớp indi hoặc hợp kim indi trên nó nằm trong khoảng từ 1 đến 1000nm.

13. Sản phẩm được tạo ra bởi quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 12, trong đó sản phẩm này có để có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại có kết cấu theo thứ tự:

a) ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại, ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại này cấu thành bởi một hoặc nhiều kim loại được chọn từ nhóm bao gồm niken, coban, ruteni hoặc hợp kim của kim loại bất kỳ trong số các kim loại này;

b) lớp dạng pha phức hợp được cấu thành bởi một phần của indi hoặc hợp kim indi và một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim kim loại; và

c) một hoặc nhiều lớp một indi hoặc hợp kim indi.

Fig.1

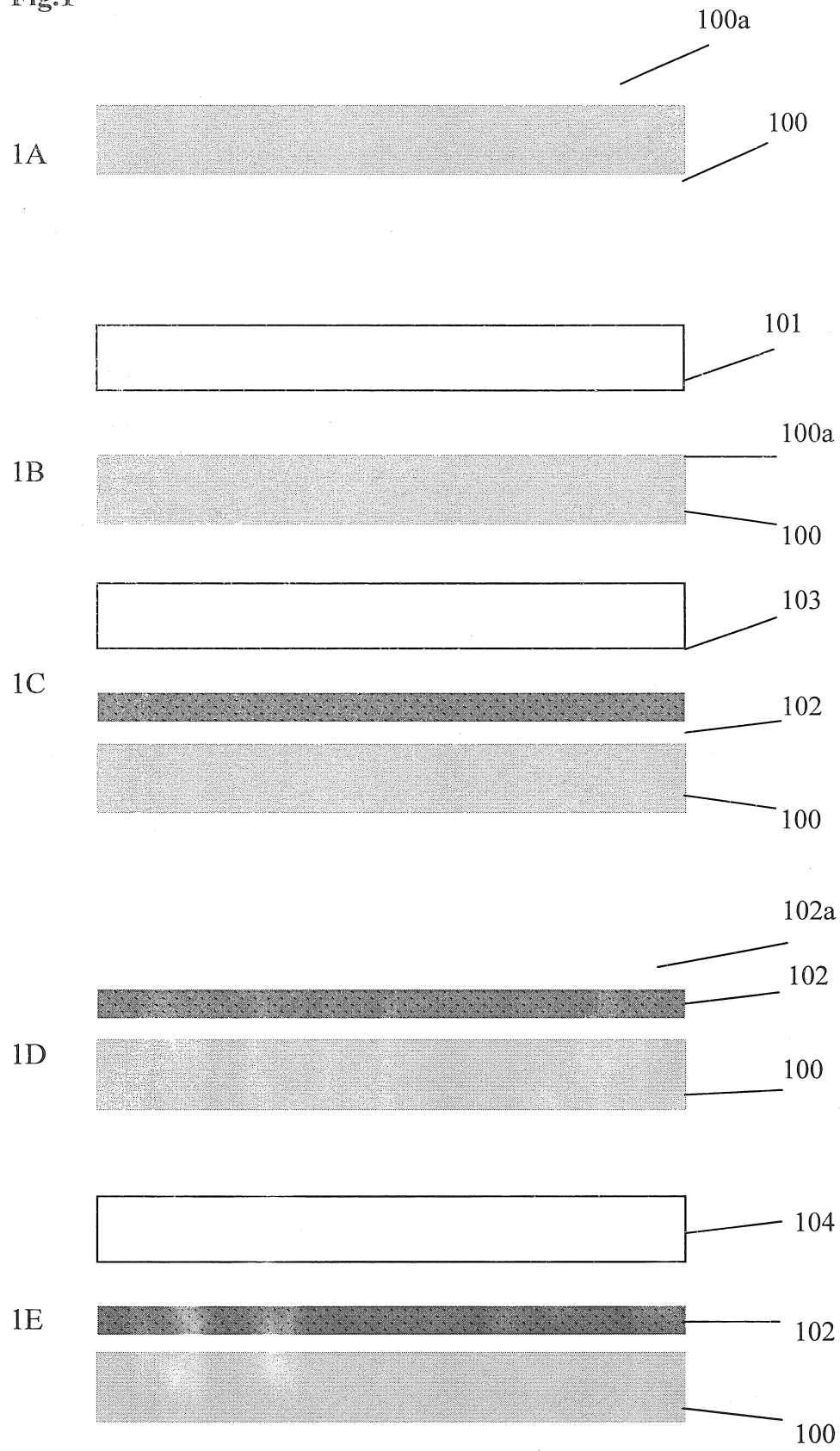


Fig.2

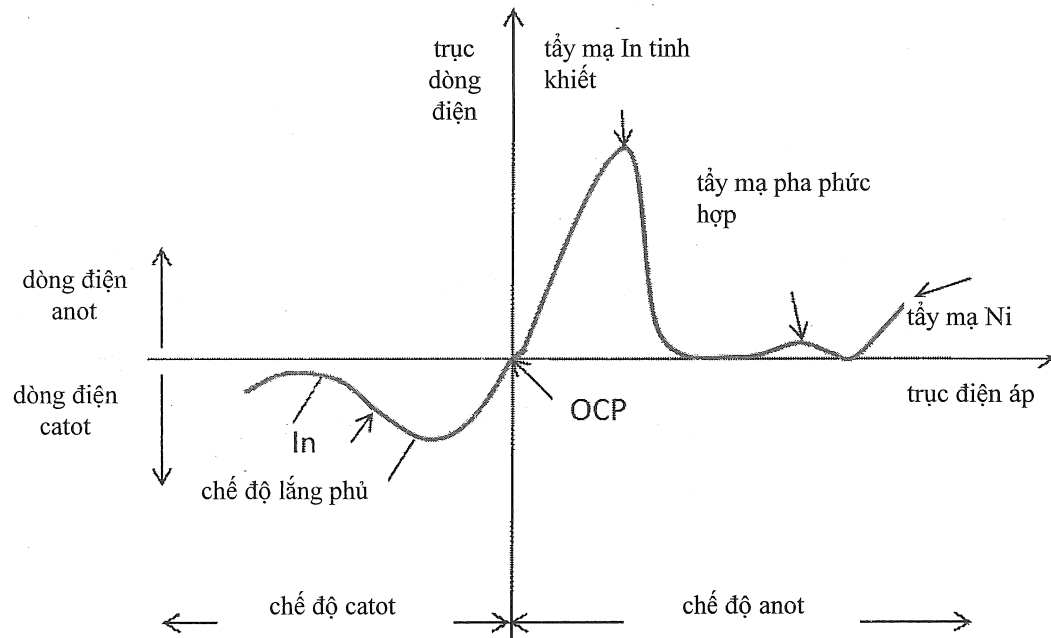


Fig.3

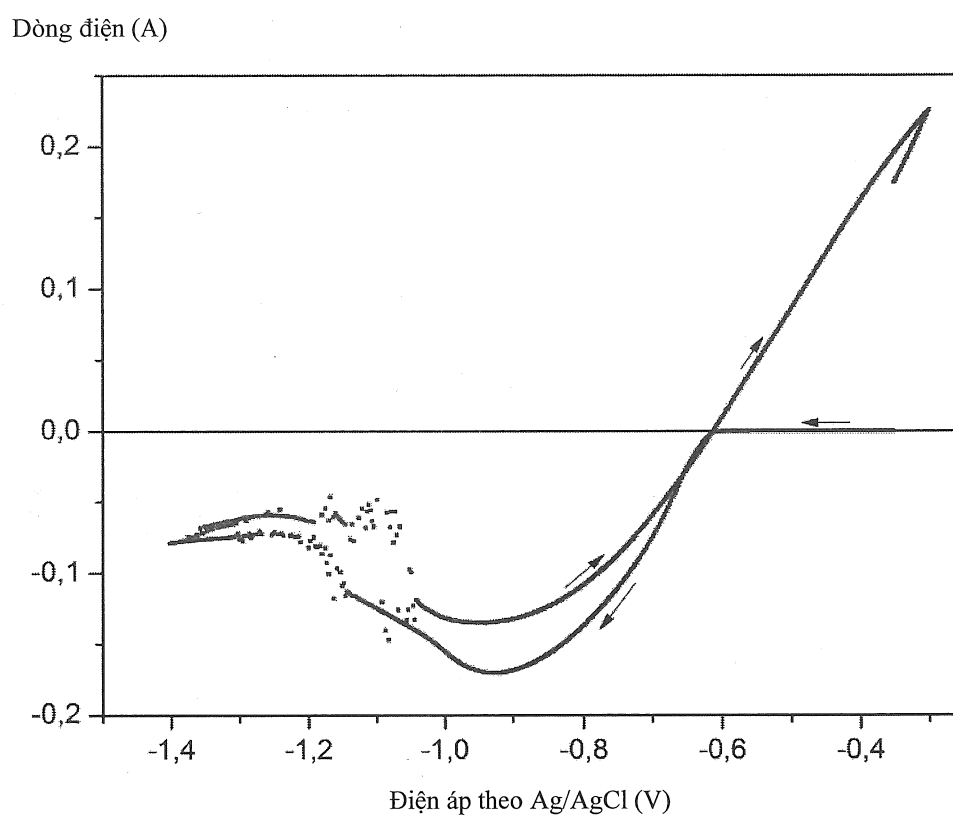
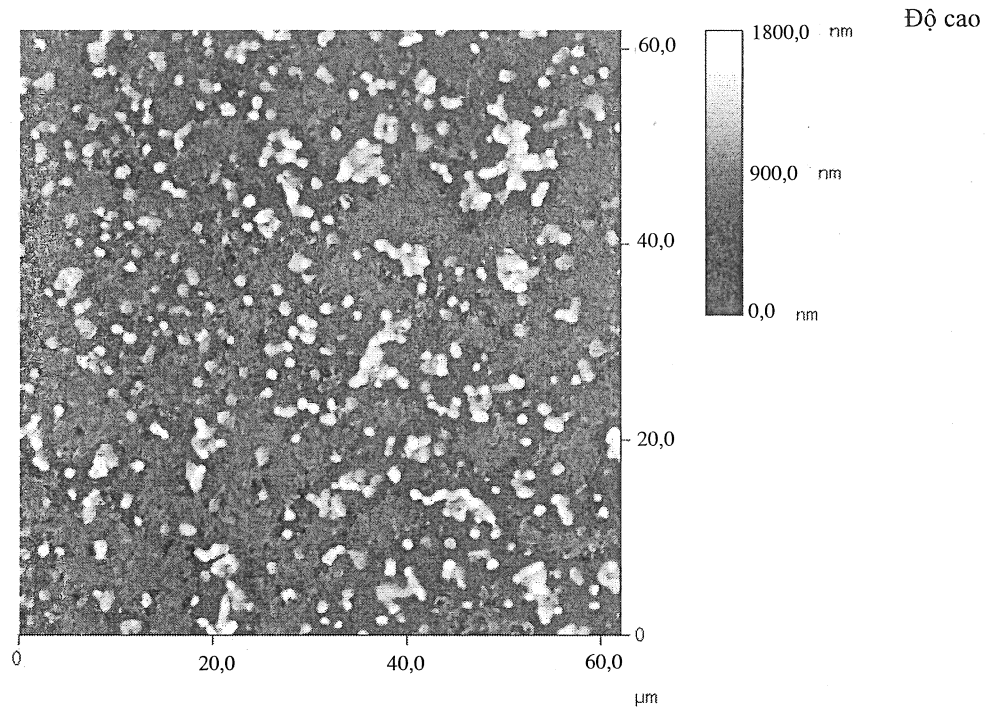


Fig.4

4A



4B

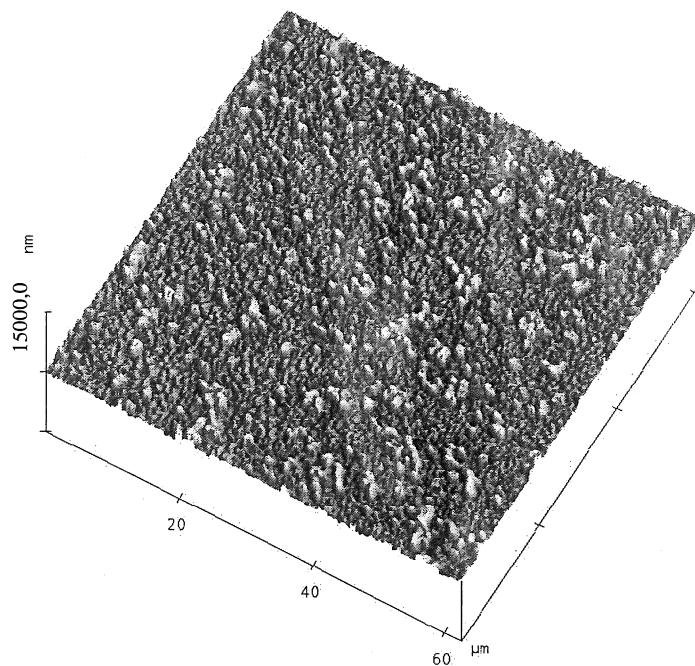
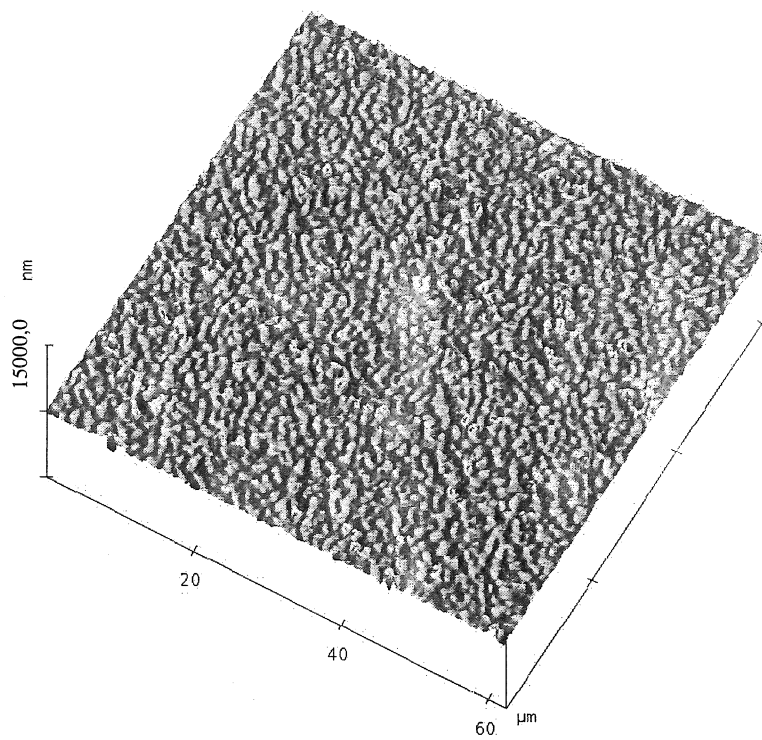
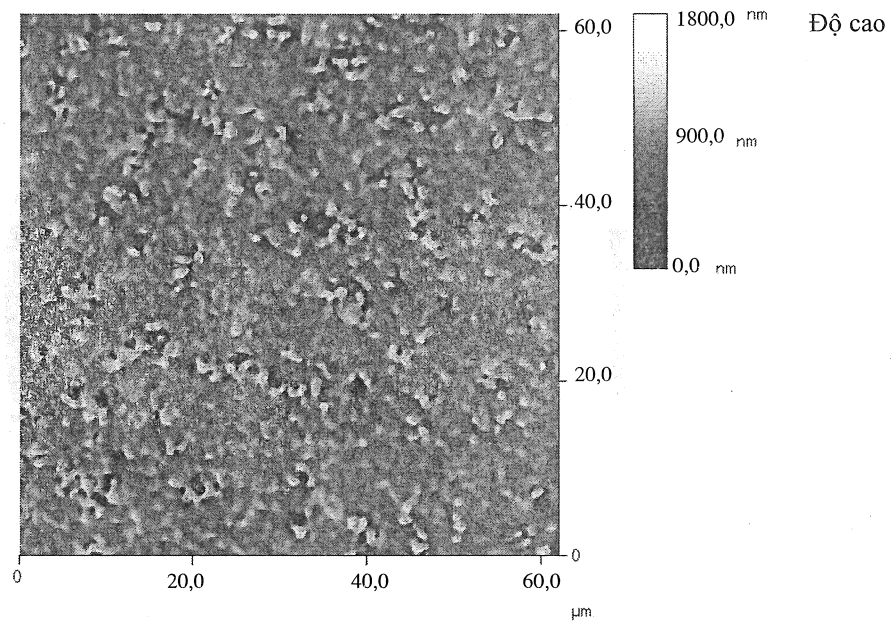


Fig.5

5A



5B