



(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)



1-0034536

(51)⁸ C25D 3/54; C25D 5/48; C25D 5/18;
C25D 5/40; C25D 3/56; C25D 5/10

(13) B

(21) 1-2018-03274

(22) 25/01/2017

(86) PCT/EP2017/051484 25/01/2017

(87) WO 2017/129583 03/08/2017

(30) 16153379.9 29/01/2016 EP

(45) 25/01/2023 418

(43) 26/11/2018 368A

(73) ATOTECH DEUTSCHLAND GMBH (DE)

Erasmusstraße 20, 10553 Berlin, Germany

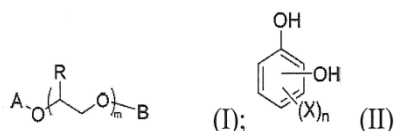
(72) SPERLING Jan (DE); PIEPER Stefan (DE); VAZHENIN Grigory (RU);

CASTELLANI Mauro (IT); KIRBS Andreas (DE); ROHDE Dirk (DE).

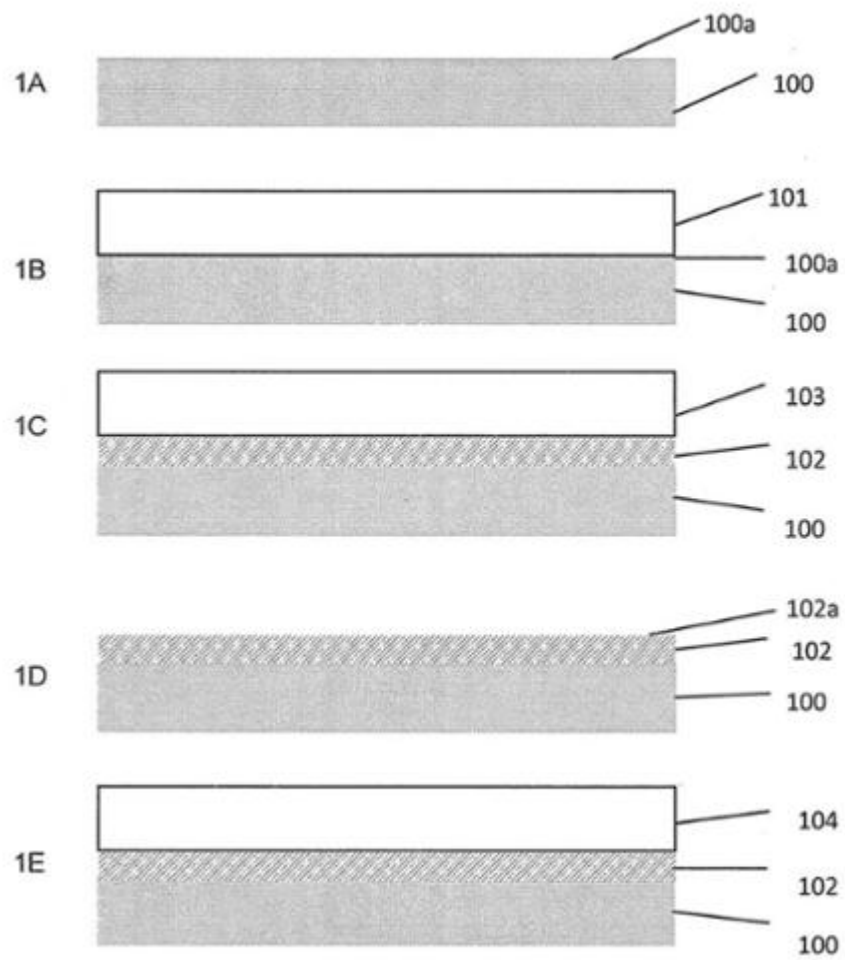
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) BỀ MẠ CHỨA DUNG DỊCH NƯỚC INĐI HOẶC HỢP KIM INĐI VÀ QUY
TRÌNH MẠ INĐI HOẶC HỢP KIM INĐI

(57)



Sáng chế đề cập đến bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi chứa: - nguồn ion inđi, - axit, - nguồn ion halogenua, - chất hoạt động bề mặt có công thức (I) trong đó A được chọn từ C₁₀-C₁₅-alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh; B được chọn từ nhóm bao gồm hydro và alkyl; m là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 25; mỗi R độc lập với nhau được chọn từ hydro và metyl; và - dẫn xuất dihydroxybenzen có công thức (II) trong đó mỗi X độc lập được chọn từ flo, clo, brom, iot, alkoxy, và nitro; n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4, và quy trình mạ inđi hoặc hợp kim inđi sử dụng bề mạ này.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến bề mặt chứa dung dịch nước indium hoặc hợp kim indium và quy trình mạ indium hoặc hợp kim indium. Với bề mặt và quy trình này, có thể thu được các lớp indium hoặc hợp kim indium rất trơn nhẵn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Indium là kim loại rất được mong muốn trong nhiều ngành công nghiệp vì tính chất vật lý độc đáo của nó. Ví dụ, nó đủ mềm để có thể dễ biến dạng và điền đầy các vi cấu trúc giữa hai bộ phận ăn khớp, có nhiệt độ nóng chảy thấp (156°C) và độ dẫn nhiệt cao. Các tính chất như vậy cho phép indium được sử dụng trong ngành công nghiệp điện tử và các ngành công nghiệp có liên quan.

Ví dụ, indium có thể được sử dụng làm vật liệu dẫn nhiệt (Thermal Interface Material - TIM). TIM là vật liệu rất quan trọng để bảo vệ các thiết bị điện tử như mạch tích hợp (Integrated Circuit - IC) và các thiết bị bán dẫn hoạt động, ví dụ, bộ vi xử lý, tránh việc vượt quá giới hạn nhiệt độ vận hành của chúng. Chúng cho phép liên kết thiết bị sinh nhiệt (ví dụ, chất bán dẫn silic) với bộ tản nhiệt hoặc bộ lan nhiệt (ví dụ, đồng và nhôm) mà không làm tăng rào cản nhiệt quá mức. TIM cũng có thể được sử dụng để lắp ráp các bộ phận khác của bộ tản nhiệt hoặc ngăn ngừa sự lan nhiệt tạo ra đường trở kháng tổng nhiệt.

Việc tạo ra đường nhiệt hữu hiệu là một đặc tính quan trọng của TIM. Đường nhiệt này có thể được mô tả dưới dạng độ dẫn nhiệt hữu hiệu qua TIM. Độ dẫn nhiệt hữu hiệu này của TIM chủ yếu là do tính toàn vẹn của giao diện giữa TIM và độ dẫn nhiệt của bộ lan nhiệt cũng như độ dẫn nhiệt cho thùng chứa (bên trong) của TIM. Các tính chất khác cũng là quan trọng đối với TIM tùy thuộc vào ứng dụng cụ thể, ví dụ, khả năng làm giảm ứng suất giãn nở nhiệt khi nối hai vật liệu (còn được gọi là “tính dễ biến dạng”), khả năng tạo

khớp nối cơ học ổn định trong quy trình xoay vòng nhiệt, thiếu độ nhạy với sự thay đổi về hơi ẩm và nhiệt độ, tính khả thi và chi phí sản xuất.

Kỹ thuật mạ điện indium đã được công bố từ lâu trong lĩnh vực kỹ thuật này. Đã biết có nhiều nhược điểm kỹ thuật khác nhau trong kỹ thuật mạ điện indium này. Indium dễ kết tủa ra khỏi dung dịch nước như hydroxit hoặc oxit nằm trong khoảng độ pH rộng mà thường phải dùng chất càng hóa mạnh và/hoặc bể mạ chứa dung dịch kiềm mạnh hoặc axit mạnh. Patent Mỹ số 2,497,988 đề cập đến kỹ thuật mạ điện indium bằng cách sử dụng xyanua làm chất phụ gia. Việc sử dụng xyanua là điều rất không mong muốn do độc tính của nó. Đã được báo cáo về các quy trình mạ liên quan đến kiềm sử dụng tác nhân càng hóa khác nhau như oxalat, không kể các chất khác, trong các patent Mỹ số 2,287,948 và 2,426,624. Tuy nhiên, môi trường kiềm không thể được sử dụng trong các giai đoạn sau của quy trình sản xuất mạch in và chất bán dẫn vì mặt nạ hàn và lớp cản quang không bền với các xử lý như vậy. Bể mạ chứa dung dịch nước indium có tính axit được đưa ra làm ví dụ trong patent Mỹ số 2,458,839. Tuy nhiên, các lớp mạ đã được tạo ra ở bể mạ này không đồng nhất và thường có cấu trúc giống đảo khiến cho chúng không thể sử dụng được theo chế độ dưới micron. Tuy nhiên, hiện do nhu cầu thu nhỏ gia tăng trong các ngành công nghiệp điện tử, các quy trình này không thể áp dụng được vì đòi hỏi việc sử dụng các lớp indium hoặc hợp kim indium vì mô.

Để ngăn ngừa các cấu trúc giống đảo nêu trên, patent Mỹ số US 8,092,667 bộc lộ quy trình mạ nhiều bước. Trước tiên, lớp trung gian cấu thành bởi indium và/hoặc gali cũng như lưu huỳnh, selen hoặc kim loại khác như đồng được tạo ra và sau đó, gali, indium hoặc các hợp kim của chúng được mạ điện lên lớp trung gian này. Mặc dù quy trình này có thể tạo ra các lớp indium mỏng đến 500 nm, quy trình này vẫn rất mất thời gian. Phương pháp được đề cập trong tài liệu nêu trên cần đến nhiều hơn một bể mạ, đó là điều không mong muốn vì nó làm tăng thời gian xử lý và kéo dài dây chuyền sản xuất và do đó làm tăng giá thành của các linh kiện được sản xuất. Ngoài ra, không thể thu được các lớp indium rất trơn nhẵn và sạch do lớp trung gian được làm bằng hợp kim với các

nguyên tố khác.

Đã được báo cáo về quy trình mạ điện indi trên đồng trong tạp chí Journal of the Electrochemical Society 2011, tập 158 (2), trang D57-D61. Lớp mạ indi đã được báo cáo tuân theo tập tính tăng trưởng Stranski-Krastanov mặc dù theo cách cải biến một chút. Quy trình được đề cập trong tài liệu này dẫn đến việc nhanh chóng tạo ra một lớp liên kim loại lên đến 50 nm trong đó cấu trúc giống đảo cầu thành bởi indi được tạo ra sau đó. Tuy nhiên, quy trình được mô tả trong tạp chí này không cho phép tạo ra các vi lớp indi tron nhẵn. Độ dày của lớp indi hoặc hợp kim indi nằm trong khoảng từ 50 đến 100 nm đến thấp hơn 1 μm hoặc thấp hơn 500 nm không thể tạo ra được bằng phương pháp đã được đề cập. Hơn nữa, phần mô tả này chỉ đề cập đến đồng dưới dạng nền nhưng đồng lại là nền hiếm khi được sử dụng. Ngành công nghiệp điện tử thường phủ các lớp chắn lên đầu dây đồng hoặc tiếp xúc để ngăn ngừa hiện tượng di trú điện tử của đồng. Xu hướng di trú này của đồng đặt ra một nguy cơ nghiêm trọng đối với tuổi thọ của linh kiện điện tử.

Hiện tượng thoát khí hydro trong quy trình mạ điện indi là một vấn đề khác liên quan đến quy trình mạ. Hiện tượng thoát khí hydro cần được làm giảm đến mức tối thiểu vì hydro là khí dễ cháy và sự tạo ra hydro là phản ứng cạnh tranh với quy trình mạ indi và do đó làm giảm hiệu quả của quy trình mạ indi. Patent Mỹ số 8,460,533 B2 đề cập đến bể mạ chứa dung dịch nước indi bằng cách sử dụng chất tẩy hydro polyme. Chất tẩy hydro polyme này là polyme bổ sung của epichlorhydrin mà việc sử dụng nó là điều không mong muốn do độc tính cao của nó. Ngoài ra, cũng không muốn tạo ra dung dịch mạ riêng rẽ cho mỗi vấn đề kỹ thuật.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo một mục đích, sáng chế đề xuất bể mạ và quy trình mạ các lớp indi hoặc hợp kim indi tron nhẵn, đặc biệt là trên kim loại hoặc hợp kim kim loại, như niken và hợp kim niken.

Sáng chế đề xuất bể mạ và quy trình mạ theo các điểm Yêu cầu bảo hộ độc lập. Sáng chế theo các phương án có lợi nêu trong các điểm Yêu cầu bảo

hộ phụ thuộc và bản mô tả này.

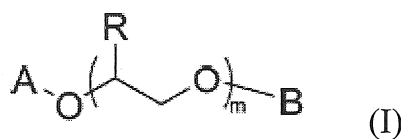
Với bề mặt chứa dung dịch nước indium hoặc hợp kim indium và quy trình mạ indium hoặc hợp kim indium theo sáng chế, sáng chế theo các phương án chung và theo các phương án cụ thể, có thể thu được một hoặc nhiều lợi ích sau:

- Có thể thu được các lớp indium hoặc hợp kim indium trơn nhẵn.
- Có thể kiểm soát được độ dày của lớp indium hoặc lớp hợp kim indium, hoặc kết hợp của các lớp này, đặc biệt là khi sử dụng quy trình thể tĩnh, như được mô tả dưới đây.
- Thu được vị trí nối đối với các phần cực nhỏ và lỗ hàn được làm bằng indium hoặc hợp kim indium.

Sáng chế đề xuất quy trình mạ indium hoặc hợp kim indium hữu hiệu.

Sáng chế đề xuất bề mặt chứa dung dịch nước indium hoặc hợp kim indium chứa:

- nguồn ion indium,
- axit,
- nguồn ion halogenua,
- chất hoạt động bề mặt có công thức (I)



trong đó:

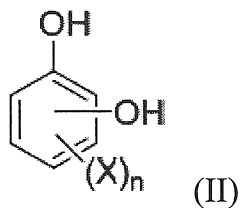
A được chọn từ C₁₀-C₁₅-alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, tốt hơn là C₁₂-C₁₄-alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, tốt hơn nữa là C₁₂-C₁₃-alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh;

B được chọn từ nhóm bao gồm hydro và alkyl, tốt hơn là hydro;

m là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 25, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 25;

mỗi R độc lập với nhau được chọn từ hydro và methyl, tốt hơn chỉ là hydro; và

- dẫn xuất dihydroxybenzen có công thức (II)



trong đó:

mỗi X độc lập được chọn từ flo, clo, brom, iot, tốt hơn là clo và brom, tốt hơn nữa là clo; alkoxy, tốt hơn là metoxy; và nitro;

n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4, tốt hơn là 1 đến 2, tốt hơn nữa là 1.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 thể hiện dưới dạng biểu đồ quy trình đại diện theo sáng chế nhưng không giới hạn phạm vi của sáng chế.

Fig. 2 thể hiện đường cong dòng điện-điện áp dưới dạng biểu đồ của bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi.

Fig. 3 thể hiện đường cong dòng điện-điện áp thông thường của bể mạ chứa dung dịch nước indi.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo các phương án cụ thể của sáng chế nêu dưới đây. Bể mạ theo các phương án có thể được thực hiện riêng rẽ hoặc ở dạng kết hợp bất kỳ. Các giới hạn của tỷ lệ và khoảng được đề cập trong bản mô tả này có thể được kết hợp theo tổ hợp bất kỳ.

Theo một phương án, mỗi X độc lập được chọn từ flo, clo, brom, iot, tốt hơn là clo và brom, tốt hơn nữa là clo; và alkoxy, tốt hơn là metoxy.

Đã phát hiện ra rằng với dẫn xuất dihydroxybenzen có công thức (II) các đặc tính của bể mạ có thể được giữ lại trong khoảng thời gian dài hơn. Đặc biệt, bể mạ được hóa già trong thời gian dài hơn vẫn có thể tạo ra lớp indi hoặc lớp hợp kim indi tron nhẵn.

Hơn nữa, không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết, tin rằng dẫn xuất dihydroxybenzen đóng vai trò làm chất kiểm soát làm giảm lưu lượng dòng. Lưu lượng dòng được kiểm soát giúp quy trình mạ các lớp indi hoặc hợp kim indi được kiểm soát, từ đó cải thiện được độ trơn nhẵn của lớp mạ.

Cần phải hiểu rằng trong bể mạ có thể có mặt nhiều hơn một hợp phần như được xác định trên đây hoặc dưới đây, ví dụ, nhiều hơn một nguồn ion indi, nhiều hơn một axit, nhiều hơn một chất hoạt động bề mặt, nhiều hơn một dẫn xuất dihydroxybenzen.

Bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi là dung dịch nước. Thuật ngữ “dung dịch nước” có nghĩa là môi trường lỏng, dưới dạng dung môi trong dung dịch, là nước. Các chất lỏng khác nữa có thể trộn lẫn với nước là, ví dụ, rượu và các chất lỏng hữu cơ phân cực khác, có thể trộn lẫn với nước, có thể được bổ sung.

Bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi có thể được tạo ra bằng cách hoà tan tất cả các hợp phần trong môi trường nước lỏng, tốt hơn là trong nước.

Tốt hơn, nếu chất hoạt động bề mặt có thể là hỗn hợp của một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt.

Chất hoạt động bề mặt là chất hoạt động bề mặt không ion. Trong chất hoạt động bề mặt, độ dài của mạch polyoxyalkylen có thể được phân bố bằng thống kê. Do trị số của m có thể là trị số trung bình, tốt hơn là mức polyme hoá trung bình số, tốt hơn là đo được bằng sắc ký lỏng cao áp. Nói cách khác, trong chất hoạt động bề mặt, hỗn hợp chứa các phân tử có độ dài của mạch polyoxyalkylen khác nhau có thể có mặt.

Mỗi R trong chất hoạt động bề mặt có thể độc lập với nhau được chọn từ hydro và metyl với tỷ lệ giữa hydro/metyl nằm trong khoảng từ 10/1 đến 100/1. Nói cách khác, mỗi R có thể được chọn từ hydro và metyl với tỷ lệ giữa hydro/metyl nằm trong khoảng từ 10/1 đến 100/1.

Tốt hơn là, trong chất hoạt động bề mặt, tỷ lệ của hydro/metyl có thể

được phân bố bằng thống kê. Do đó, trong chất hoạt động bề mặt, hỗn hợp chứa các phân tử có tỷ lệ khác nhau của hydro/metyl có thể có mặt. Trị số của tỷ lệ của hydro/metyl có thể là trị số trung bình trên tất cả các phân tử có mặt trong chất hoạt động bề mặt. Hoặc mỗi phân tử chất hoạt động bề mặt trong hỗn hợp có thể có tỷ lệ của hydro/metyl nằm trong khoảng từ 10/1 đến 100/1.

Tốt hơn là, điều này có thể được kết hợp với mạch polyoxyalkylen có độ dài khác nhau nêu trên. Do đó, chất hoạt động bề mặt có thể thay đổi cả về độ dài lẫn về tỷ lệ của hydro/metyl của mạch polyoxyalkylen.

Theo phương án khác, R là hydro. Trong trường hợp này, polyoxyalkylen là polyoxyetylen.

Alkyl mạch nhánh còn được gọi là iso-alkyl. Theo một phương án rất cụ thể, iso-alkyl có thể có nghĩa là nhóm alkyl có nhóm metyl, etyl hoặc propyl ở vị trí 2 (nguyên tử cacbon 2) của mạch chính.

Chất hoạt động bề mặt có thể chứa trong bể mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi với lượng thông thường. Đặc biệt, chất hoạt động bề mặt, chứa trong bể mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 g/L đến 20 g/L, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 g/L đến 15 g/L, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 g/L đến 15 g/L.

Theo một phương án cụ thể, hệ số cân bằng ưa nước-ưa chất béo (Hệ số HLB, được đo theo phương pháp của Griffin) nằm trong khoảng 13,0 – 18,0, tốt hơn là nằm trong khoảng 15,0-18,0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 15,5-17,5. Nói cách khác, theo phương án cụ thể này, chất hoạt động bề mặt có hệ số cân bằng ưa nước-ưa chất béo (Hệ số HLB, xác định được theo phương pháp Griffin) nằm trong khoảng 13,0-18,0, tốt hơn là nằm trong khoảng 15,0-18,0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 15,5-17,5.

Tốt hơn, nếu dẫn xuất dihydroxybenzen là dẫn xuất resorxinol, dẫn xuất hydrochinon hoặc dẫn xuất catechol; tốt hơn nữa là dẫn xuất resorxinol hoặc dẫn xuất hydrochinon. Theo một phương án cụ thể, dẫn xuất dihydroxybenzen được chọn từ một hoặc nhiều dẫn xuất dihydroxybenzen từ nhóm bao gồm 4-

clo resorxinol, 5-metoxy resorxinol, clo hydroquinon, 4-bromo resorxinol, 2-nitro resorxinol, và 4-clo catechol; tốt hơn là 4-clo resorxinol, 5-metoxy resorxinol, clo hydroquinon, và 4-bromo resorxinol.

Tốt hơn là, nồng độ của dẫn xuất dihydroxybenzen trong bể mạ nằm trong khoảng 10 – 1000 mg/L, tốt hơn là nằm trong khoảng 50 – 500 mg/L, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 100-400 mg/L.

Bể mạ chứa dung dịch nước indii hoặc hợp kim indii bao gồm ít nhất một nguồn ion indii. Nguồn ion indii thích hợp là muối indii hòa tan trong nước và phức hợp indii hòa tan trong nước. Các nguồn ion indii như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, muối indii của axit alkan sulphonic như axit metansulphonic, axit etansulphonic, axit butan sulphonic; muối indii của axit sulphonic thơm như axit benzensulphonic và axit toluenulphonic; muối của axit sulphamic; muối sulphat; muối của indii clorua và bromua; muối nitrat; muối hydroxit; indii oxit; muối floborat; muối indii của axit carboxylic như axit xitric, axit axetoaxetic, axit glyoxylic, axit pyruvic, axit glycolic, axit malonic, axit hydroxamic, axit iminodioxetic, axit salixylic, axit glyxeric, axit succinic, axit malic, axit tartaric, axit hydroxybutyric; muối indii của axit amin như arginin, axit aspartic, asparagin, axit glutamic, glyxin, glutamin, leuxin, lysin, threonin, isoleuxin, và valin. Tốt hơn, nếu nguồn ion indii là một hoặc nhiều hơn một muối indii của axit sulphuric, axit sulphamic, axit alkan sulphonic, axit sulphonic thơm và axit carboxylic. Tốt hơn nữa, nếu nguồn ion indii là một hoặc nhiều hơn một muối indii của axit sulphuric và axit alkan sulphonic. Tốt hơn là, nồng độ ion indii trong bể mạ chứa dung dịch nước indii hoặc hợp kim indii nằm trong khoảng từ 2,5 g/L đến 200 g/L, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 50 g/L, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 30 g/L.

Bể mạ bao gồm ít nhất một axit và/hoặc muối của nó để thu được độ pH axit mong muốn. Khoảng giá trị độ pH được ưu tiên nêu dưới đây. Các axit như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, axit alkan sulphonic như axit metansulphonic, axit etansulphonic; axit aryl sulphonic như axit benzensulphonic, axit toluenulphonic; axit sulphamic; axit sulphuric; axit

clohydric; axit bromhydric; axit floboric; axit boric; axit carboxylic như axit xitric, axit axetoaxetic, axit glyoxylic, axit pyruvic, axit glycolic, axit malonic, axit hydroxamic, axit iminodioxetic, axit salixylic, axit glyxeric, axit succinic, axit malic, axit tartaric, và axit hydroxybutyric; axit amin như arginin, axit aspartic, asparagin, axit glutamic, glyxin, glutamin, leuxin, lysin, threonin, isoleuxin và valin. Một hoặc nhiều hơn một muối tương ứng của các axit nêu trên cũng có thể được sử dụng. Axit này có thể được chọn từ nhóm bao gồm một hoặc nhiều axit sau: axit alkan sulfonic, axit aryl sulfonic, axit sulfamic, axit carboxylic (hoặc muối của các axit đã được đề cập trước đây), và axit sulfuric. Tốt hơn là, axit này có thể được chọn từ nhóm bao gồm một hoặc nhiều axit sau: axit alkan sulphonic, axit sulfamic, hoặc muối của nó, và axit sulfuric. Tốt hơn nữa là, axit này có thể được chọn từ nhóm bao gồm một hoặc nhiều axit sau: axit alkan sulfonic, hoặc muối của nó, và axit sulfuric. Thậm chí tốt hơn nữa là, axit này có thể được chọn từ nhóm bao gồm một hoặc nhiều axit sau: metansulfonic axit, hoặc muối của nó, và axit sulfuric.

Nồng độ của một hoặc nhiều hơn một axit hoặc muối của nó nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3 mol/L, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2,5 mol/L, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,3 đến 2,0 mol/L.

Tốt hơn là, độ pH của bề mặt bằng 7 hoặc thấp hơn.

Khoảng giá trị độ pH có lợi thứ nhất là như sau: độ pH bằng -1 đến 4 hoặc 0 đến 4, tốt hơn nữa là 0 đến 3,5.

Khoảng giá trị độ pH có lợi thứ hai là như sau: độ pH bằng -1 đến 1,4, tốt hơn nữa là 0 đến 1,4, còn tốt hơn nữa là 0 đến 1, và tốt nhất là độ pH bằng 0 đến <1 hoặc độ pH <1. Đã phát hiện ra rằng với độ pH nằm trong khoảng như vậy, có thể thu được các bề mặt inđi hoặc hợp kim inđi rất trơn nhẵn khi inđi hoặc hợp kim inđi được mạ lên nền là kim loại hoặc hợp kim kim loại.

Khoảng giá trị độ pH có lợi thứ ba là như sau: độ pH bằng 1 đến 4, tốt hơn là độ pH bằng 1,5 đến 4, tốt hơn nữa là độ pH bằng 1,5 đến 3, còn tốt hơn nữa là độ pH bằng 3 – 4, còn tốt hơn nữa là độ pH bằng 3 – 3,5. Đã phát hiện ra rằng với độ pH nằm trong khoảng như vậy, có thể thu được bề mặt inđi hoặc

hợp kim indi rất trơn nhẵn khi indi hoặc hợp kim indi được mạ lên nền oxit.

Nguồn ion hydroxyl có thể được bổ sung, ví dụ, để điều chỉnh độ pH mong muốn. Nguồn ion hydroxyl thích hợp là hợp chất hydroxyl, như natri hydroxit hoặc kali hydroxit.

Theo một phương án, bề mạ bao gồm nguồn cation kim loại kiềm và/hoặc nguồn cation kim loại kiềm thổ. Cation kim loại kiềm được ưu tiên là cation của Na, K và/hoặc Li. Nguồn cation kim loại kiềm thích hợp là, ví dụ, NaCl, KCl hoặc LiCl. Cation kim loại kiềm thổ được ưu tiên là cation của Ca và/hoặc Mg. Đã thấy rằng, độ trơn nhẵn của các bề mặt indi hoặc hợp kim indi có thể được cải thiện khi nguồn cation kim loại kiềm và/hoặc nguồn cation kim loại kiềm thổ được bổ sung vào bề mạ.

Nói chung, theo sáng chế, một hợp chất được bổ sung vào bề này có thể là nguồn chứa một hoặc nhiều hợp phần đã đề cập. Ví dụ, nguồn cation kim loại kiềm hoặc cation kim loại kiềm thổ cũng có thể là nguồn ion hydroxyl, ví dụ, trong trường hợp natri hydroxit.

Bề mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi bao gồm ít nhất một nguồn ion halogenua. Nguồn ion halogenua như vậy có thể là muối halogenua hoặc phức hợp halogenua hòa tan trong nước giải phóng ion halogenua trong môi trường nước. Đặc biệt thích hợp là muối kiềm halogenua và hydro halogenua. Hydro halogenua có thể cũng đóng vai trò làm axit và, nếu dùng trong bề mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi, liên quan đến tính năng kép của chúng. Ion clorua được ưu tiên. Nồng độ ion halogenua được chọn phụ thuộc vào nồng độ của ion indi trong bề mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi. Tốt hơn là, nồng độ của ion halogenua nằm trong khoảng từ 1 mol đương lượng của ion halogenua với ion indi đến 10 mol đương lượng của ion halogenua với ion indi. Ion halogenua giúp làm ổn định ion indi trong dung dịch.

Axit và nguồn ion halogenua có thể được bổ sung dưới dạng một hợp chất vào bề mạ, ví dụ, khi axit clohydric hoặc axit bromhydric được bổ sung vào bề mạ. Mặt khác, nguồn ion halogenua và axit có thể là các hợp chất khác

nhau, ví dụ, khi các axit trên đây được sử dụng được chọn từ nhóm bao gồm một hoặc nhiều axit alkan sulfonic, axit aryl sulfonic, axit sulfamic, axit carboxylic, và axit sulfuric.

Bề mặt có thể bao gồm các hợp phần tùy ý khác nữa, như chất càn hóa cho ion inđi, chất làm đều, chất mang, chất làm sáng và/hoặc nguồn ion kim loại dễ khử thứ hai được mô tả dưới đây.

Bề mặt chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi tùy ý bao gồm ít nhất một chất càn hóa cho ion inđi. Các chất càn hóa cho ion inđi như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, axit carboxylic như axit malonic và axit tarttric; hydroxy axit carboxylic như axit xitric và axit malic và muối của nó. Chất càn hóa mạnh hơn cho ion inđi như axit etylendi-amin tetraaxetic (EDTA) cũng có thể được sử dụng. Chất càn hóa cho ion inđi có thể được sử dụng một mình hoặc dạng kết hợp của chúng có thể được sử dụng. Ví dụ, lượng khác nhau của chất càn hóa tương đối mạnh như EDTA có thể được sử dụng kết hợp với lượng khác nhau của một hoặc nhiều chất càn hóa yếu hơn như axit malonic, axit xitric, axit malic và axit tarttric để kiểm soát lượng inđi mà sẵn có để mạ điện. Chất càn hóa cho ion inđi có thể được sử dụng với lượng thông thường. Thông thường, chất càn hóa cho ion inđi được sử dụng ở nồng độ nằm trong khoảng từ 0,001 mol/L đến 3 mol/L.

Theo patent Mỹ số US 2,458,839, glucoza có thể được bổ sung để cải thiện khả năng phân bố của bề mặt chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi và/hoặc độ mịn của lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi được tạo ra.

Bề mặt chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi tùy ý bao gồm ít nhất một chất làm đều. Chất làm đều bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, polyalkylen glycol ete. Các ete như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, dimetyl polyetylen glycol ete, butyl polyetylen glycol ete bậc hai-bậc ba, polyetylen/polypropylen dimetyl ete (copolyme hỗn hợp hoặc copolyme khối), và octyl monometyl polyalkylen ete (copolyme hỗn hợp hoặc copolyme khối). Chất làm đều như vậy chiếm lượng thông thường. Thông thường, chất làm đều như vậy có thể chiếm lượng nằm trong khoảng từ 100 µg/L đến 500 µg/L.

Bể mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi tùy ý bao gồm ít nhất một chất mang. Chất mang bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, phenantrolin và dẫn xuất của nó như 1,10-phenantrolin; trietanolamin và dẫn xuất của nó như trietanolamin lauryl sulphat; natri lauryl sulphat và amoni lauryl sulphat đã được etoxyl hóa; polyetylenimin và dẫn xuất của nó như hydroxypropylpolyeneimin (HPPEI-200); và polyme đã được alkoxyl hoá. Chất mang như vậy chứa trong bể mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi với lượng thông thường. Thông thường, chất mang có thể chiếm lượng nằm trong khoảng từ 200 mg/L đến 5000 mg/L.

Bể mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi tùy ý bao gồm ít nhất một chất làm sáng. Chất làm sáng bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, axit 3-(benzthiazolyl-2-thio)-propylsulphonic, axit 3-mercapto-propan-1-sulphonic, axit etylendithiodipropylsulphonic, bis-(p-sulphophenyl)-disulphua, bis-(ω -sulpho-butyl)-disulphua, bis-(ω -sulpho-hydroxypropyl)-disulphua, bis-(ω -sulpho-propyl)-di-sulphua, bis-(ω -sulpho-propyl)-sulphua, metyl-(ω -sulpho-propyl)-disulphua, metyl-(ω -sulpho-propyl)-trisulphua, 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-propan-sulphonic), thiophosphoric-axit-tris-(ω -sulphopropyl)-este và các muối tương ứng của chúng. Thông thường, chất làm sáng có thể chiếm lượng trong khoảng từ 0,01 mg/L đến 100 mg/l, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,05 mg/L đến 10 mg/l.

Bể mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi tùy ý bao gồm ít nhất một nguồn ion kim loại dễ khử thứ hai. Ion kim loại dễ khử là các ion kim loại có thể bị khử trong các điều kiện được cấp và do đó chúng được mạ cùng với inđi tạo ra hợp kim inđi. Tốt hơn là, nguồn ion kim loại dễ khử thứ hai như vậy 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 ion kim loại dễ khử thứ hai có thể được bổ sung vào bể mạ

chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi dưới dạng muối kim loại hòa tan trong nước hoặc phức hợp kim loại hòa tan trong nước. Muối và phức hợp kim loại hòa tan trong nước như vậy là đã biết. Nhiều muối và phức hợp kim loại hòa tan trong nước là sẵn có trên thị trường hoặc có thể được điều chế như được mô tả trong tài liệu. Muối và/hoặc phức hợp kim loại hòa tan trong nước được bổ sung vào bề mặt chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi với lượng đủ để tạo ra hợp kim inđi có khối lượng nằm trong khoảng từ 1% khối lượng đến 5% khối lượng, hoặc như từ 2% khối lượng đến 4% khối lượng của hợp kim. Muối kim loại hòa tan trong nước có thể được bổ sung vào chế phẩm inđi với lượng để hợp kim inđi chiếm trong khoảng từ 1% khối lượng đến 3% khối lượng của hợp kim.

Lượng hợp kim nằm trong khoảng từ 3% khối lượng hoặc thấp hơn có thể cải thiện độ bền chống ăn mòn nhiệt độ cao TIM và độ thấm ướt và gắn kết với nền như mạch tích hợp silicon và, đặc biệt là các mạch tích hợp cực nhỏ. Ngoài ra, các hợp kim như bạc, bismut và thiếc có thể tạo ra otecti có điểm nóng chảy thấp với inđi làm cho chúng hữu ích hơn đối với các ứng dụng hàn. Ít nhất một nguồn ion kim loại dễ khử thứ hai tùy ý chứa trong chế phẩm inđi với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 g/L đến 15 g/L, hoặc như từ 0,1 g/L đến 10 g/L, hoặc như từ 1 g/L đến 5 g/L.

Tốt hơn là, bề mặt chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi chỉ bao gồm ion inđi và không có các ion kim loại dễ khử được bổ sung có chủ đích vì điều này tạo điều kiện thuận lợi quy trình mạ (bỏ qua các tạp chất nhỏ thường có trong nguyên liệu thô dùng trong kỹ thuật). Trong phạm vi của phương án được ưu tiên theo sáng chế, điều này sẽ có nghĩa là 99% khối lượng hoặc lớn hơn của ion kim loại dễ khử là ion inđi.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất quy trình mạ inđi hoặc hợp kim inđi bao gồm các bước:

- i. cung cấp nền có ít nhất một bề mặt;
- ii cho ít nhất một bề mặt của nền này tiếp xúc với bề mặt chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi như được mô tả trên đây và nhờ đó lớp inđi hoặc

lớp hợp kim inđi được mạ trên ít nhất một phần của ít nhất một bề mặt.

Theo một phương án, bề mặt này là bề mặt kim loại hoặc bề mặt hợp kim. Do đó, nên được sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim. Ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim thường là lớp bên ngoài hoặc có thể dễ tiếp cận trong quy trình mạ.

Tốt hơn là, ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim của nền bao gồm hoặc chứa một hoặc nhiều hơn một trong các nhóm sau bao gồm niken, nhôm, bismut, coban, đồng, gali, vàng, chì, ruteni, bạc, thiếc, titan, tantan, vonfram, kẽm và các hợp kim nêu trên. Hợp kim nghĩa là bao gồm - trong số những cái khác - ít nhất hợp kim được tạo ra bởi hai hoặc nhiều kim loại này, hợp kim của một hoặc nhiều hơn một trong số các kim loại này với phospho, bo hoặc phospho và bo, cũng như nitrat và silicua tương ứng của các kim loại này. Do xu hướng di trú của đồng và hợp kim đồng, tốt hơn nữa là ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim không bao gồm đồng hoặc hợp kim của nó.

Tốt hơn nữa là, ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim bao gồm hoặc chứa niken, coban, ruteni, titan, tantan, vonfram hoặc các hợp kim nêu trên. Các kim loại hoặc hợp kim này thường được sử dụng làm lớp chắn trong ngành công nghiệp bán dẫn và điện tử trên dây đồng hoặc các tiếp xúc để ngăn ngừa sự di trú nhiệt hoặc sự di trú điện tử của đồng khỏi dây đồng và các tiếp xúc.

Tốt nhất là, ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim được sử dụng theo sáng chế bao gồm hoặc chứa niken hoặc hợp kim niken, trong đó hợp kim niken có thể 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.

Bề mặt kim loại theo sáng chế như bề mặt niken nghĩa là bề mặt kim loại sạch (bỏ qua các tạp chất nhỏ bất kỳ thường có trong nguyên liệu thô dùng trong kỹ thuật). Các bề mặt kim loại sạch thường bao gồm ít nhất 99% khối

lượng của kim loại tương ứng. Các hợp kim trên đây thường chứa lớn hơn 95% khối lượng của các nguyên tố tạo ra hợp kim này, tốt hơn là lớn hơn 99% khối lượng.

Theo một phương án, bề mặt là bề mặt oxit, như bề mặt oxit kim loại hoặc bề mặt oxit kim loại hỗn hợp, ví dụ, bề mặt indium thiếc oxit (ITO). Do đó, nên được sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm ít nhất một bề mặt oxit. Ít nhất một bề mặt oxit thường là lớp bên ngoài hoặc có thể dễ tiếp cận trong quy trình mạ.

Tất cả điện thế được đề cập trong bản mô tả này được đưa ra để chỉ điện cực bạc/bạc clorua với 3 mol/L KCl dưới dạng chất điện phân ($\text{Ag}^+ \text{AgCl}$). Phần trăm xuyên suốt toàn bộ bản mô tả này là phần trăm khối lượng (wt.-%) trừ khi có quy định khác. Các nồng độ được đưa ra trong bản mô tả này để chỉ thể tích của toàn bộ dung dịch, trừ khi có quy định khác. Thuật ngữ “quy trình mạ” trong bản mô tả này bao gồm thuật ngữ “mạ” được định nghĩa là quy trình mạ trong bể mạ. Thuật ngữ “điện phân” đôi khi được sử dụng đồng nghĩa trong lĩnh vực kỹ thuật này với thuật ngữ “điện” hoặc các quy trình này đôi khi được gọi là “quy trình mạ điện”. Các thuật ngữ “điện thế” và “điện áp” được sử dụng hoán đổi cho nhau trong bản mô tả này.

Quy trình theo sáng chế tùy ý còn bao gồm bước khác nữa:

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

Việc xử lý sơ bộ các bề mặt kim loại hoặc hợp kim 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 tẩy gỉ.

Bước làm sạch sử dụng dung dịch nước có thể là axit hoặc kiềm mà tùy ý bao gồm chất hoạt động bề mặt và/hoặc chất đồng dung môi như glycol. Bước tẩy gỉ chủ yếu sử dụng dung dịch axit oxy hóa nhẹ như 1 mol/L axit sulphuric kết hợp với chất oxy hóa như hydro peroxit. Bước tẩy gỉ như vậy được sử dụng, không kể những cái khác, để loại bỏ các lớp oxit hoặc các gốc hữu cơ trên các bề mặt kim loại hoặc hợp kim.

Bước tùy ý i.a. có thể bao gồm trong quy trình theo sáng chế giữa bước i. và ii.

Việc mạ lớp indi hoặc lớp hợp kim indi ở bước ii. có thể được thực hiện bằng cách mạ điện, đặc biệt là trên bề mặt kim loại hoặc hợp kim.

Khi quy trình mạ indi hoặc hợp kim indi ở bước ii. được thực hiện bằng quy trình mạ điện trên bề mặt kim loại hoặc hợp kim, bước ii. của quy trình theo sáng chế có thể bao gồm bước ii.a. đến ii.c.

ii.a. Cung cấp bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi;

ii.b. Cho bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi này tiếp xúc với bề mặt kim loại hoặc hợp kim; và

ii.c. Đưa vào dòng điện giữa nền và ít nhất một anot và nhờ đó mạ được indi hoặc hợp kim indi lên ít nhất một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim của nền.

Bước ii.a. có thể bao gồm trong giai đoạn bất kỳ trong quy trình theo sáng chế trước bước ii.b. bước ii.c. thường không được bắt đầu trước bước ii.b. Sau đó, việc mạ điện indi hoặc hợp kim indi được thực hiện ở bước ii.c.

Theo một phương án cụ thể, mạ điện ở bước ii. là quy trình mạ thể tĩnh, tốt hơn là sử dụng điện thể catot nhiều hơn so với điện thể mạch hở, như được giải thích và xác định dưới đây.

Điện thế được ưu tiên để mạ điện indi hoặc hợp kim indi nằm trong khoảng từ -0,8 đến -1,4 V, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -0,85 V đến -1,3 V, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -0,9 đến -1,2 V.

Thời gian để mạ điện indi hoặc hợp kim indi tùy thuộc vào các yếu tố khác nhau như bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi, nhiệt độ và điện thế được sử dụng để mạ. Tốt hơn là, thời gian để mạ điện 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, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 30 giây. Khoảng thời gian này là đủ để tạo ra lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất trên bề mặt kim loại hoặc hợp kim. Pha hỗn hợp của indi hoặc hợp kim indi đã

được mạ và bề mặt kim loại hoặc hợp kim có thể được tạo ra. Pha hỗn hợp theo sáng chế còn được gọi là lớp kết hợp. Thời gian mạ càng dài (mặc dù có thể) dẫn đến việc tạo ra các lớp inđi hoặc hợp kim inđi thứ nhất càng dày, điều này không mang lại hiệu quả có lợi bất kỳ nên phải được loại bỏ ở bước tiếp theo iii. Thời gian mạ quá dài cũng dẫn đến việc tạo ra cấu trúc inđi hoặc hợp kim inđi giống đảo có độ nhám cao (trừ khi các cấu trúc này được loại bỏ ở bước tiếp theo).

Tốt hơn là, anot inđi hòa tan được sử dụng trong quy trình theo sáng chế vì chúng được sử dụng để điền đầy ion inđi và do đó giữ được nồng độ của ion này ở mức có thể chấp nhận được cho quy trình mạ inđi hiệu quả.

Điện thế mạch hở là điện thế của điện cực làm việc so với điện cực tham chiếu khi không có điện thế hoặc dòng điện được đưa vào bình điện.

Việc xác định điện thế mạch hở (OCP) là hữu ích vì nó phụ thuộc vào các yếu tố khác nhau như thành phần chiết của bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi, bề mặt kim loại hoặc hợp kim, độ pH của bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi và nhiệt độ của bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi.

Điện thế mạch hở có thể được xác định bằng các phương tiện phân tích chuẩn đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các công cụ phân tích hữu ích là phương pháp quét thế tuần hoàn và phương pháp quét thế tuyến tính. Điện thế mạch hở là giao điểm của đường cong dòng điện-điện áp với đường cong điện thế. Điện thế mạch hở, không kể những cái khác, được xác định trong C. G. Zoski, "Handbook of Electrochemistry", Elsevier, Oxford, 1st edition, 2007, trang 4. Theo cách khác, điện thế mạch hở có thể được xác định và thu được như được mô tả trong K. B. Oldham, J. C. Myland, "Fundamentals of Electrochemical Science", Academic Press, San Diego, 1st edition, 1994, trang 68-69.

Tốt hơn là, xác định điện thế mạch hở vì các giá trị điện thế lý tưởng để mạ và loại bỏ inđi hoặc hợp kim inđi có thể sau đó được chọn để tạo ra quy trình tổng thể hiệu quả hơn. Nếu điện thế mạch hở là đã biết đối với trình tự

quy trình đã cho, không cần thiết phải xác định nó lần nữa. Điều đó có nghĩa là nếu quy trình này đã từng được vận hành thì không cần phải xác định lại điện thế mạch hở (áp dụng các điều kiện giống hoặc tương tự).

Quy trình theo sáng chế tùy ý bao gồm bước: xác định điện thế mạch hở. Trong quy trình xác định điện thế mạch hở, có thể thu được đường cong dòng điện-điện áp (còn được gọi là đường cong dòng điện và điện áp).

Việc xác định điện thế mạch hở có thể được sử dụng trong quy trình theo sáng chế giữa bước i. và ii. và/hoặc giữa bước ii. và iii., trong đó iii. được mô tả dưới đây, và/hoặc giữa bước iii. và iv, trong đó iv. được mô tả dưới đây, và/hoặc giữa bước iv. và bước v. và/hoặc giữa bước v. và vi, mà được mô tả dưới đây. Thường là đủ và do đó tốt hơn là sử dụng bước xác định điện thế mạch hở giữa i. và ii. và/hoặc giữa bước ii. và iii.

Theo một phương án cụ thể của quy trình, bề mặt của nền là bề mặt kim loại hoặc hợp kim, và

- ở bước ii. lớp indi hoặc lớp hợp kim indi là lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất,
- ở bước ii. pha hỗn hợp được tạo ra, được làm bằng kim loại hoặc hợp kim của bề mặt này và ít nhất một phần của lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất,

và quy trình này còn bao gồm các bước:

- iii. loại bỏ một phần hoặc toàn bộ phần của lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất chưa được chuyển hóa thành pha hỗn hợp;
- iv. mạ lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ hai lên ít nhất một phần của bề mặt thu được ở bước iii.

Bước iv. được thực hiện bằng cho ít nhất một phần của bề mặt thu được ở bước iii tiếp xúc với bề mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi theo sáng chế và mạ lớp indi hoặc lớp hợp kim indi lên ít nhất một phần của ít nhất một bề mặt. Tốt hơn là, bề mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi này là giống như bề mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi được sử dụng

trước đó trong quy trình, cụ thể là ở bước ii.

Bằng cách mạ lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất lên ít nhất một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim, pha hỗn hợp được tạo ra. Pha hỗn hợp này được làm bằng kim loại hoặc hợp kim của bề mặt và ít nhất một phần của lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất được mạ lên đó. Pha hỗn hợp này có thể là pha nội kim loại, hỗn hợp vật lý chứa các hợp phần này hoặc tổ hợp của chúng. Tốt hơn là, pha hỗn hợp là hoặc ít nhất bao gồm pha nội kim loại của indi hoặc hợp kim indi đã được mạ và kim loại hoặc hợp kim của bề mặt trên đó indi hoặc hợp kim indi được mạ. Pha hỗn hợp như pha nội kim loại tạo ra ở ranh giới của pha của lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất đã được mạ và kim loại hoặc hợp kim của bề mặt này, thông thường bằng cách khuếch tán một hoặc nhiều vật liệu này vào vật liệu khác. Pha hỗn hợp bao gồm indi và kim loại hoặc hợp kim của bề mặt. Pha hỗn hợp tùy ý bao gồm nguồn ion kim loại dễ khử thứ hai (ở dạng kim loại tương ứng) nếu hợp kim indi được mạ.

Pha hỗn hợp được làm bằng indi hoặc hợp kim indi và bề mặt kim loại hoặc hợp kim tạo ra ngay trong quy trình mạ lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất lên ít nhất một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim và sau đó.

Tốc độ tạo ra pha hỗn hợp phụ thuộc vào, không kể những cái khác, bề mặt kim loại hoặc hợp kim được sử dụng quy trình theo sáng chế. Trong trường hợp lớp chắn như các lớp chắn được làm bằng niken hoặc hợp kim niken, các thử nghiệm điện hóa cho thấy rõ sự tạo ra pha nội kim loại. Điều này hoàn toàn bất ngờ vì đã biết rằng niken và hợp kim niken là các lớp chắn có xu hướng di trú rất thấp và, ví dụ, niken và indi không tạo ra pha nội kim loại khi được đưa vào các điều kiện (cụ thể là nhiệt độ) như có trong quy trình theo sáng chế.

Tốt hơn là, độ dày lớp của pha hỗn hợp được làm bằng indi hoặc hợp kim indi và kim loại hoặc hợp kim nằm trong khoảng từ 0,1 đến 100 nm, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 50 nm.

Tốt hơn là, độ dày kết hợp của lớp kết hợp và lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất thu được ở bước ii. nằm trong khoảng từ 0,1 đến 500 nm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 400 nm và còn tốt hơn nữa là nằm trong

khoảng từ 5 đến 350 nm.

Có thể chờ một khoảng thời gian nhất định cho đến khi sự tạo ra pha nội kim loại chậm lại hoặc ngừng hoàn toàn trước khi thực hiện bước iii. của quy trình theo sáng chế.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng pha hỗn hợp có các đặc tính vật lý khác đáng kể với lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ nhất chưa được chuyển hóa thành pha hỗn hợp và bề mặt kim loại hoặc hợp kim. Đôi khi, pha hỗn hợp có màu sắc khác nhau. Pha hỗn hợp thường có thể có ánh bóng và/hoặc độ trơn nhẵn hơn so với một trong hai pha trên đây. Các phát hiện này đã cho thấy rằng pha hỗn hợp thường là pha nội kim loại.

Tốt hơn là, việc loại bỏ ít nhất một phần lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ nhất chưa được chuyển hóa thành lớp kết hợp ở bước iii. là quy trình tẩy mạ điện. Trong phạm vi của sáng chế, tẩy mạ có nghĩa là việc hòa tan bằng điện hóa inđi kim loại hoặc hợp kim inđi của các lớp inđi hoặc hợp kim inđi biến nó thành các ion inđi hòa tan (và có thể cả các ion khác nếu hợp kim inđi được tẩy mạ). Việc tẩy mạ (ít nhất một phần) lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ nhất chưa được chuyển hóa thành pha hỗn hợp là quy trình tẩy mạ dòng tĩnh hoặc quy trình tẩy mạ điện thế tĩnh. Tốt hơn là, quy trình tẩy mạ điện thế tĩnh được sử dụng vì quy trình này khử bỏ được nguy cơ tẩy mạ không chủ tâm pha hỗn hợp được tạo ra ở bước ii. đặc biệt là nếu pha nội kim loại được tạo ra.

Tốt hơn là, quy trình tẩy mạ điện thế tĩnh sử dụng điện thế anot nhiều hơn so với điện thế mạch hở. Tốt hơn là, nếu pha hỗn hợp được tạo ra ở bước ii. là pha nội kim loại, thì rủi ro của việc tẩy mạ không chủ tâm nó được giảm vì điện thế theo yêu cầu để tẩy mạ pha nội kim loại thường cần nhiều điện thế anot hơn để tẩy mạ inđi hoặc hợp kim inđi. Điều này cho phép kiểm soát quy trình được tạo điều kiện thuận lợi.

Tốt hơn là, sử dụng quy trình tẩy mạ điện thế tĩnh tạo điều kiện thuận lợi cho quy trình theo sáng chế và và làm cho nhu cầu kiểm soát quy trình nghiêm ngặt (như kiểm soát thời gian) của bước này trở nên không cần thiết.

Như nêu trên, điện thế cần để loại bỏ pha hỗn hợp, đặc biệt là đối với pha nội kim loại, có thể có điện thế anot nhiều hơn so với điện thế cần để tẩy mạ indi.

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

Thời gian yêu cầu cho quy trình tẩy mạ tùy thuộc vào các thông số khác nhau như lượng indi hoặc hợp kim indi cần được loại bỏ (tức là độ dày của lớp indi hoặc lớp hợp kim indi) và điện thế được dùng. Tốt hơn là, thời gian cho quy trình tẩy mạ điện nằm trong khoảng từ 0,1 giây cho đến khi về cơ bản tất cả indi được loại bỏ chưa được chuyển hóa thành pha hỗn hợp. Trong bản mô tả này, về cơ bản tất cả indi có nghĩa là 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, của indi chưa được chuyển hóa thành pha hỗn hợp. Tốt hơn là, ở bước iii., ít nhất 90% khối lượng của indi hoặc hợp kim indi indi chưa được chuyển hóa thành pha hỗn hợp được loại bỏ; tốt hơn nữa là 95% khối lượng hoặc lớn hơn của indi hoặc hợp kim indi, còn tốt hơn nữa là 99% khối lượng hoặc lớn hơn của indi hoặc hợp kim indi được loại bỏ ở bước iii. Trong trường hợp của bước iii - đặc biệt là trong các trường hợp có pha nội kim loại được tạo ra - có thể được thực hiện khi dòng anot giảm xuống (đo được bằng thiết bị đo hiệu điện thế). Thông thường, 0,1 đến 60 giây là đủ; tốt hơn là 1 đến 45 giây được sử dụng. Tốt hơn nữa là, thời gian cho quy trình tẩy mạ điện nằm trong khoảng từ 5 đến 30 giây.

Việc mạ indi hoặc hợp kim indi ở bước iv. có thể được thực hiện bằng phương tiện bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Việc mạ indi hoặc hợp kim indi ở bước iv. có thể được thực hiện bằng cách mạ điện, mạ không điện, mạ lắng hơi hóa chất hoặc mạ lắng hơi vật lý. Bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi không điện hữu ích, ví dụ, được đề cập trong US 5,554,211 (A).

Tốt hơn là, việc mạ lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ hai ở bước iv. được thực hiện bằng cách mạ điện. Điều này cho phép tất cả các bước mạ và

loại bỏ indi hoặc hợp kim indi của toàn bộ quy trình được vận hành chỉ trong một bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi duy nhất. Tốt hơn là, vận hành tất cả các bước mạ và loại bỏ indi hoặc hợp kim indi của toàn bộ quy trình theo sáng chế trong một bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi duy nhất vì điều này giúp cho toàn bộ quy trình hiệu quả hơn vì, ví dụ, nó làm rút ngắn được dây chuyền sản xuất.

Tương tự như bước ii., bước iv. có thể bao gồm các bước tương tự iv.a đến iv.c mà tương ứng với hoặc giống với bước ii.a. đến ii.c. Như nêu trên, tốt hơn là, bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi của bước ii.a và iv.a là giống nhau. Ngoài ra, nên có thể vẫn nằm trong bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi cho tất cả các bước mạ và loại bỏ indi hoặc hợp kim indi (bao gồm bước ii. và iv.).

Tốt hơn là, quy trình mạ điện lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ hai là quy trình mạ thể tĩnh bằng cách sử dụng điện thế catot nhiều hơn so với điện thế mạch hở.

Điện thế được ưu tiên để mạ điện lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ hai ở bước iv. nằm trong khoảng từ -0,8 đến -1,4 V, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -0,85 V đến -1,3 V, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -0,9 đến -1,2 V.

Tốt hơn là, thời gian để mạ điện lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ hai ở bước iv. nằm trong khoảng từ 0,1 giây cho đến khi thu được độ dày mong muốn của lớp indi. Tốt hơn là, độ dày này nằm trong khoảng từ 2 đến 60 giây, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 30 giây.

Như nêu trên, việc mạ điện indi hoặc hợp kim indi ở bước ii. và bước iv. là theo một phương án được ưu tiên của quy trình mạ thể tĩnh indi bằng cách sử dụng điện thế catot nhiều hơn so với điện thế mạch hở. Tốt hơn nữa là, điện thế được sử dụng để mạ điện indi hoặc hợp kim indi ở bước ii. và điện thế được sử dụng để mạ điện indi hoặc hợp kim indi ở bước iv. là giống nhau vì điều này tạo điều kiện thuận lợi cho việc kiểm soát quy trình.

Tùy ý bao gồm bước v. và vi. trong quy trình theo sáng chế:

- v. loại bỏ một phần hoặc toàn bộ lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ hai;
- vi. mạ lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ ba lên ít nhất một phần của bề mặt thu được ở bước v.

Các bước v. và vi. bước iv. bao gồm trong quy trình theo sáng chế sau đã được hoàn thành.

Bước vi. có thể được thực hiện bằng cách cho ít nhất một phần của bề mặt thu được ở bước v. tiếp xúc với bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi theo sáng chế. Tốt hơn là, bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi là giống như bể mạ được sử dụng trước đó trong quy trình, cụ thể là ở bước ii và/hoặc iv.

Cũng có thể thực hiện lặp lại bước v. và vi. nhiều hơn một lần bằng các phương tiện theo sáng chế, và do đó tạo ra lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ tư, thứ năm hoặc có thứ tự cao hơn bất kỳ cho đến khi thu được độ dày mong muốn của pha nội kim loại và lớp indi hoặc lớp hợp kim indi. Tốt hơn là, loại bỏ lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ hai (hoặc lớp indi hoặc lớp hợp kim indi có thứ tự cao hơn bất kỳ) chỉ một phần để thiết lập nên lớp mạ indi hoặc hợp kim indi. Một phần có nghĩa là ít nhất 20% khối lượng hoặc 40% khối lượng hoặc 60% khối lượng hoặc 80% khối lượng của indi hoặc hợp kim indi được mạ ở bước iv. vẫn nằm trên bề mặt đã được cải biến.

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

Tốt hơn là, độ dày kết hợp của lớp kết hợp và tất cả các lớp indi hoặc hợp kim indi trên đó nằm trong khoảng từ 1 đến 1000 nm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 800 nm, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 100 đến 500 nm.

Theo quan điểm của phần mô tả nêu trên, quy trình theo sáng chế có thể bao gồm các bước sau được thực hiện theo trình tự đã nêu:

- i. cung cấp nền có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim;
- i.a. tùy ý, xử lý sơ bộ ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim này;
- ii. mạ điện lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ nhất lên ít nhất một phần của bề mặt này nhờ đó pha hỗn hợp tạo ra được làm bằng kim loại hoặc hợp kim của bề mặt này và ít nhất một phần của lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ nhất
- iii. tẩy mạ điện một phần hoặc toàn bộ lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ nhất chưa được chuyển hóa thành pha hỗn hợp;
- iv. mạ lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ hai lên ít nhất một phần của bề mặt thu được ở bước iii.;
- v. tùy ý, tẩy mạ điện một phần hoặc toàn bộ lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ hai; và
- vi. tùy ý, mạ lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ ba lên ít nhất một phần của bề mặt thu được ở bước v.

Tốt hơn là, quy trình mạ lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ hai là quy trình mạ điện inđi hoặc hợp kim inđi ở bước iv. Quy trình mạ này cũng có thể áp dụng cho việc tạo ra lớp mạ inđi hoặc hợp kim inđi bất kỳ khác nữa (như các bước. vi. và v.v).

Quy trình mạ điện inđi hoặc hợp kim inđi được ưu tiên ở bước ii. và/hoặc bước iv., và/hoặc một hoặc nhiều bước mạ, là quy trình mạ thể tĩnh inđi bằng cách sử dụng điện thể catot nhiều hơn so với điện thể mạch hở. Tốt hơn là, điện thể được dùng để mạ điện inđi hoặc hợp kim inđi nằm trong khoảng từ mức tối thiểu của đường cong dòng điện-điện áp đến điểm uốn catot nhiều hơn của đường cong dòng điện-điện áp hoặc mức tối đa cục bộ catot nhiều hơn. Mức tối thiểu của đường cong là điện thể catot nhiều hơn so với điện thể mạch hở. Nhờ việc chọn điện thể trong khoảng nêu trên, sự tạo ra hydro được giảm đến mức tối thiểu giúp cho toàn bộ quy trình mạ hiệu quả hơn.

Điện thể cần để loại bỏ pha hỗn hợp, đặc biệt là pha nội kim loại, có điện thể anot nhiều hơn so với điện thể cần để khử mạ inđi. Để loại bỏ inđi hoặc hợp kim inđi, và tốt hơn là không loại bỏ pha hỗn hợp, quy trình tẩy mạ

điện thế tĩnh với điện thế anot nhiều hơn so với điện thế mạch hở có thể được sử dụng. Tốt hơn nữa là, điện thế cho quy trình tẩy mạ điện thế tĩnh nằm trong khoảng từ điện thế mạch hở đến giao điểm (là điện thế anot nhiều hơn so với điện thế mạch hở) của đường cong dòng điện-điện áp với trục điện áp hoặc mức tối thiểu cục bộ tiếp theo. Khoảng được ưu tiên này cho phép tẩy mạ chọn lọc lớp indi hoặc lớp hợp kim indi mà không cần loại bỏ pha hỗn hợp (hoặc pha nội kim loại) là pha cần cho quy trình mạ các lớp indi tron nhẵn.

Đã bắt ngờ phát hiện ra rằng việc mạ indi hoặc hợp kim indi lên pha hỗn hợp và đặc biệt là lên pha nội kim loại dẫn đến thu được lớp mạ indi hoặc hợp kim indi tron nhẵn. Sự tạo ra cấu trúc giống đảo có thể được giảm đáng kể hoặc được ngăn ngừa hoàn toàn (so sánh với các mẫu 1 và 11 trong phần Ví dụ thực hiện sáng chế). Lớp mạ indi hoặc hợp kim indi tron nhẵn như vậy hữu ích cho nhiều ứng dụng, cụ thể là trong ngành công nghiệp điện tử như các thiết bị cực nhỏ và sự tạo ra các phần nổi hàn nhúng.

Chỉ cần một bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi duy nhất có thể được sử dụng để thực hiện toàn bộ quy trình theo sáng chế. Tức là, chỉ có một bể mạ có thể được sử dụng cho/trong suốt tất cả các bước mạ và loại bỏ indi hoặc hợp kim indi. Có lợi theo sáng chế là chỉ cần một bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi duy nhất để thực hiện toàn bộ quy trình theo sáng chế. Bằng cách thay đổi điện thế (và do đó thay đổi kiểu mạ/tẩy mạ) toàn bộ quy trình theo sáng chế có thể được thực hiện trong một bể mạ chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi duy nhất.

Quy trình theo sáng chế tùy ý còn bao gồm bước rửa và làm khô. Bước rửa thường được thực hiện bằng các dung môi như nước. Bước làm khô có thể được thực hiện bằng phương tiện bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này như đưa nền vào dòng không khí nóng hoặc đặt chúng vào lò nóng.

Sản phẩm thu được theo quy trình theo sáng chế cũng là đối tượng sáng chế. Sản phẩm, thu được bằng cách sử dụng bể mạ theo sáng chế trong quy trình theo sáng chế là một đối tượng sáng chế khác nữa.

Quy trình theo sáng chế là hữu ích để thu được nền có ít nhất một bề mặt

kim loại hoặc hợp kim trên đó có dây lớp, bao gồm hoặc cấu thành bởi - theo trình tự này -

- a) ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim;
- b) pha hỗn hợp được làm bằng indi hoặc hợp kim indi và kim loại hoặc hợp kim từ bề mặt này. Pha hỗn hợp như vậy thu được theo quy trình theo sáng chế; và
- c) một hoặc nhiều hơn một lớp indi hoặc hợp kim indi. Các lớp như vậy thu được theo quy trình theo sáng chế.

Nền bao gồm dây lớp được dùng trong bản mô tả dùng để chỉ “nền hoàn thiện”. Nền này là một đối tượng sáng chế, độc lập với quy trình tạo ra nó.

Tốt hơn là, nền hoàn thiện bao gồm pha nội kim loại được làm bằng indi hoặc hợp kim indi và kim loại hoặc hợp kim từ bề mặt kim loại hoặc hợp kim của nền.

Tốt hơn là, một hoặc nhiều hơn một lớp indi hoặc hợp kim indi kết hợp với pha hỗn hợp trong nền hoàn thiện có độ dày nằm trong khoảng từ 1 đến 1000 nm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 800 nm, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 100 đến 500 nm. Thành phẩm hoặc nền hoàn thiện được tạo ra bằng quy trình theo sáng chế.

Nhiệt độ của bề mặt chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi trong suốt quy trình theo sáng chế nằm trong khoảng từ điểm nóng chảy đến điểm sôi của bề mặt chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi. Thông thường, nhiệt độ này nằm trong khoảng từ -20°C đến 80°C , tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5°C đến 50°C , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10°C đến 40°C , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15°C đến 35°C .

Tốt hơn là, bề mặt chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi được khuấy trong suốt quy trình theo sáng chế. Việc lắc có thể được đề xuất bằng cách nạp liệu khí như không khí hoặc khí trơ, nạp liệu chất lỏng như các chất lỏng để điền đầy các hợp phần của bề mặt chứa dung dịch nước indi hoặc hợp kim indi, khuấy, dịch chuyển ít nhất một nền hoặc ít nhất một điện cực trong bề

mạ chứa dung dịch nước indium hoặc hợp kim indium hoặc bằng các phương tiện khác bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Bề mặt của nền, cụ thể là bề mặt kim loại hoặc hợp kim, và hoặc lớp indium hoặc lớp hợp kim indium thứ nhất (thứ hai, thứ ba v.v.) có thể được tiếp xúc với bề mặt chứa dung dịch nước indium hoặc hợp kim indium bằng phương tiện bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Tốt hơn là, việc tiếp xúc được thực hiện bằng cách nhúng nền vào bề mặt chứa dung dịch nước indium hoặc hợp kim indium để tạo điều kiện thuận lợi cho quy trình.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau minh họa tiếp sáng chế và không giới hạn phạm vi của sáng chế.

1. Quy trình chung

1.1 Phân tích điện hóa (đề cập đến bước xác định điện thế mạch hở)

Ổn áp Autolab (Metrohm) được kiểm soát bởi phần mềm Nova được sử dụng làm nguồn điện cho nghiên cứu điện hóa. Đường cong dòng điện và điện áp được ghi lại bằng cách sử dụng ba điện cực được thiết lập ở tần số quét là 10 mV/s và mẫu tham chiếu $\text{Ag}^+ | \text{AgCl}$.

1.2 Độ nhám bề mặt

Địa hình của các lớp indium hoặc hợp kim indium được đặc trưng bởi giao thoa kế ánh sáng trắng (Atos GmbH). Kích thước hình ảnh để xác định độ nhám bề mặt có diện tích là 60x60 μm . Độ nhám bề mặt được tính toán bằng cách sử dụng phần mềm phân tích NanoScope. Các giá trị được suy luận ra từ dữ liệu địa hình được đưa ra tương ứng với độ nhám trung bình, S_a . Độ nhám bề mặt được đo ở trung tâm của mẫu là vị trí có độ nhám khác biệt nhất.

2. Ví dụ và Ví dụ đối chứng - Thử nghiệm

2.1 Ví dụ

Tất cả các chất điện phân nước bao gồm các hóa chất sau ở nồng độ nhất định, chỉ khác là Ví dụ 12, trong đó không có bước bổ sung NaOH. Do Ví dụ

đối chứng này không chứa axit, độ pH nằm trong khoảng mong muốn ngay cả khi không bổ sung NaOH.

A) chất hoạt động bề mặt: 10 g/l

Các chất hoạt động bề mặt sau được sử dụng:

Brij® 35 (Brij là thương hiệu đã đăng ký của Croda International PLC; Số CAS 9002-92-0),

Công thức cấu trúc $C_{12}H_{25}(OCH_2CH_2)_nOH$, $n \sim 23$;

Phân tử lượng 1199,54;

HLB 16,9

Lutensol® TO 8 (Lutensol là thương hiệu đã đăng ký của BASF SE);

Công thức cấu trúc $RO(CH_2CH_2O)_xH$, trong đó $R = \text{iso } C_{13}H_{17}$, x bằng khoảng 8;

Phân tử lượng khoảng 600;

HLB bằng khoảng 13

Lutensol® TO 15 (Lutensol là thương hiệu đã đăng ký của BASF SE);

Công thức cấu trúc $RO(CH_2CH_2O)_xH$, trong đó $R = \text{iso } C_{13}H_{17}$, x bằng khoảng 15;

Phân tử lượng khoảng 850;

HLB khoảng 15,5

Tergitol® L64 (Tergitol là thương hiệu đã đăng ký của Dow company); cấu trúc hóa học: Polyete polyol; HLB 15 (đối với Ví dụ đối chứng)

polyetylen glycol, phân tử lượng 800 (PEG 800), HLB 20 (đối với Ví dụ đối chứng)

B) hợp chất thơm (dẫn xuất dihydroxybenzen trong Ví dụ theo sáng chế): $2,075 \times 10^{-3} \text{ mol/l}$ (trong trường hợp 4-clo resorxinol: 300 mg/l)

C) nguồn Ion indi: $InCl_3$, 38,525 g/l

D) axit: 1,563 mol/l

E) nguồn ion halogenua: HCl (37% trọng lượng), 19,797 mL/l

F) NaOH: 30,465 g/l

Tất cả các biến thể của hợp chất thơm và các biến thể của các axit xuất hiện với cùng nồng độ mol, tất cả các biến thể chất hoạt động bề mặt với cùng khối lượng cho mỗi thể tích.

Nền là đoạn vi mạch đã được niken hóa thì có diện tích điện cực hoạt động là $2 \times 2 \text{ cm}^2$.

Xử lý sơ bộ bằng điện hóa: Ba lần quét thế vòng liên tiếp của mỗi chất điện phân được thu nhận trong khoảng điện áp từ -0,3 V đến -1,2 V so với Ag/AgCl ở tốc độ quét 10 mV/giây bằng cách thiết lập ba điện cực với điện cực làm việc rất giống nhau. Điện cực đối được tạo ra từ indi sạch, trong khi điện cực làm việc được tạo ra ban đầu từ niken. Mỗi lần quét được chạy từ điện áp cao hơn đến điện áp thấp hơn, và nhờ đó tiếp theo, lên trên, mạ được ở vị trí indi sạch đầu tiên trong phác đồ catot, nhờ đó loại bỏ được indi sạch đang xảy ra ở trạng thái anốt.

Việc mạ lớp indi sạch được thực hiện ở trạng thái thế tĩnh ở điện thế tương ứng được xác định trong quy trình tuần hoàn này. Trong quy trình này, cuối cùng của ba phép đo điện lượng tuần hoàn của quy trình tiền xử lý được dùng làm mẫu tham chiếu. Fig. 3 thể hiện đồ thị đường cong dòng điện-điện áp. Thời gian mạ điện hóa được xác định bởi mức tích điện tối đa là $(2,2 \text{ C}) / (4 \text{ cm}^2) = 0,55 \text{ C/cm}^2$. Việc tiền xử lý và mạ sau đó diễn ra trong cùng một bể mạ.

Việc đo độ nhám bề mặt được thực hiện theo phương pháp được mô tả trên đây.

Thiết bị được sử dụng để mạ điện hóa là PGSTAT 204 của Metrohm-Autolab.

2.2 Ví dụ đối chứng

Trong các Ví dụ đối chứng, các chế phẩm và phương pháp được sử dụng là giống như được mô tả trên đây trong mục 2.1 đối với Ví dụ theo sáng chế, chỉ khác ở các thay đổi được thể hiện trong bảng dưới đây:

Bảng sau là tổng quan về chất hoạt động bề mặt và hợp chất thơm được sử dụng trong các ví dụ và ví dụ đối chứng (thay đổi về các chữ cái in nghiêng, gạch chân):

Ví dụ số	Axit	Chất hoạt động bề mặt	HLB	Hợp chất thơm
1 (so sánh)	axit metan sulfonic	Brij® 35	16,9	<i>resorxinol</i>
2	axit metan sulfonic	Brij® 35	16,9	5-metoxy resorxinol
3	axit metan sulfonic	Lutensol® TO 8	13	4-clo resorxinol
4 (so sánh)	axit metan sulfonic	<u>Tergitol® L64</u>	15	4-clo resorxinol
5	axit metan sulfonic	Lutensol® TO 15	15,5	4-clo resorxinol
6 (so sánh)	axit metan sulfonic	<u>PEG 800</u>	20	4-clo resorxinol
7	axit metan sulfonic	Brij® 35	16,9	4-bromo resorxinol
8	axit metan sulfonic	Brij® 35	16,9	clo hydroquinon

9	axit metan sulfonic	Brij® 35	16,9	4-clo resorxinol
10 (so sánh)	axit metan sulfonic	<i>Không</i>	---	<i>Không</i>
11	axit sulfuric	Brij® 35	16,9	4-clo resorxinol
12 (so sánh)	<i>không</i>	Brij® 35	16,9	4-clo resorxinol

3. Ví dụ và Ví dụ đối chứng – Kết quả của thử nghiệm

Bảng sau thể hiện kết quả về phép đo độ nhám. Số trong cột “Mẫu” dùng để chỉ số của Ví dụ theo sáng chế hoặc Ví dụ đối chứng.

Mỗi trị số độ nhám bề mặt là trị số trung bình từ 5 điểm đo.

Mẫu	Độ nhám bề mặt S_a / nm
1 (so sánh)	33
2	31
3	31
4 (so sánh)	114
5	30
6 (so sánh)	43
7	30
8	28
9	26
10 (so sánh)	85

11	26
12 (so sánh)	50

4. Ví dụ và Ví dụ đối chứng khác nữa

Việc mạ tiếp các lớp inđi được thực hiện trong bể mạ chứa dung dịch nước inđi chứa hợp chất thơm theo sáng chế và hợp chất thơm so sánh khác nữa (xem Bảng 3). Nền, thành phần có các điều kiện mạ và chất điện phân nước inđi là như được mô tả trong các mục 1 và 2 nêu trên. Độ nhám bề mặt S_a của các lớp mạ inđi được đo theo các mục 1, 2 và 3 nêu trên và kết quả được tóm tắt trong Bảng 3.

Bảng 3: Độ nhám bề mặt S_a của các lớp inđi được mạ từ chất điện phân inđi chứa hợp chất thơm theo sáng chế và hợp chất thơm so sánh khác nữa

Ví dụ số	Axit	Chất hoạt động bề mặt	Hợp chất thơm	Độ nhám bề mặt S_a / nm
13	axit metan sulfonic	Brij® 35	2-Nitro resorxinol	31
14	axit metan sulfonic	Brij® 35	4-clo catechol	30
15 (so sánh)	axit metan sulfonic	Brij® 35	<i>Pyro catechol</i>	79

5. Quy trình bao gồm bước mạ và tẩy mạ theo sáng chế

Các Fig. 1 và 2 giải thích quy trình theo sáng chế, với các bước mạ và tẩy mạ, theo kiểu sơ đồ.

Như được thể hiện trong Fig. 1A, nền (100) có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim (100a) được cung cấp. Nền thường được sử dụng theo sáng chế là các bảng mạch in, nền bán dẫn, nền IC (mạch tích hợp), vật mang chip, vật mang mạch điện, bộ liên kết và bộ hiển thị.

Fig. 1B thể hiện bước ii., trong đó lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ nhất được mạ trên ít nhất một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim được

cung cấp ở bước i. Nền (100) có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim (100a) được mô tả với lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất (101) trên bề mặt này.

Fig. 1C. thể hiện pha hỗn hợp được làm bằng indi hoặc hợp kim indi và bề mặt kim loại hoặc hợp kim, mà tạo ra ngay trong quy trình mạ lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất lên ít nhất một phần của bề mặt kim loại hoặc hợp kim và các lớp sau đó. Nền (100) có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim (100a) được mô tả với pha hỗn hợp (102) ở giữa các phần của lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất (103) và kim loại hoặc hợp kim chưa được chuyển hóa thành lớp kết hợp.

Fig. 1D thể hiện cách thức thực hiện ở bước iii. phần của lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất chưa được chuyển hóa thành lớp kết hợp là một phần hoặc toàn bộ được loại bỏ. Fig. 1D thể hiện cách thức loại bỏ toàn bộ lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất chưa được chuyển hóa thành lớp kết hợp. Nền (100) có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim (không được đánh dấu trong hình vẽ này) được chuyển hóa bởi pha hỗn hợp (102).

Bề mặt thu được ở bước iii. (102a) được đặc trưng ở chỗ, nó ít thô ráp hơn so với lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ nhất (ví dụ, 103 trong Fig. 1C).

Fig. 1E minh họa bước iv., trong đó lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ hai được mạ trên ít nhất một phần của bề mặt thu được ở bước iii. Nền có ít nhất một bề mặt kim loại hoặc hợp kim được chuyển hóa trước tiên bởi pha hỗn hợp (102) và sau đó bởi lớp indi hoặc lớp hợp kim indi thứ hai (104) mà đã được tạo ra trên bề mặt thu được ở bước iii. (tương ứng với bề mặt của pha hỗn hợp trong hình vẽ này).

Fig. 2 thể hiện sơ đồ đường cong dòng điện-điện áp. Trong đường cong này, khoảng trị số điện thế được ưu tiên cho quy trình mạ điện indi hoặc hợp kim indi và tẩy mạ nó được thể hiện.

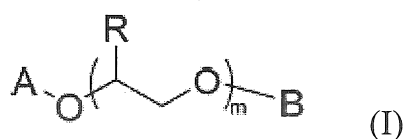
YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi chứa:

- nguồn ion inđi,
- axit,
- nguồn ion halogenua,

khác biệt ở chỗ, bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi chứa:

- chất hoạt động bề mặt có công thức (I):



trong đó:

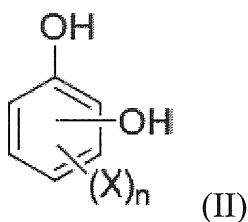
A được chọn từ C₁₀-C₁₅-alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh;

B được chọn từ nhóm bao gồm hydro và alkyl;

m là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 25;

mỗi R độc lập với nhau được chọn từ hydro và metyl; và

- dẫn xuất dihydroxybenzen có công thức (II):



trong đó:

mỗi X độc lập được chọn từ flo, clo, brom, iot, alkoxy, và nitro; và

n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4.

2. Bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi theo điểm 1, trong đó mỗi R được chọn từ hydro và metyl với tỷ lệ hydro/metyl nằm trong khoảng từ 10/1 đến 100/1.

3. Bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi theo điểm 1, trong

đó R là hydro.

4. Bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó axit được chọn từ một hoặc nhiều axit alkan sulfonic và axit sulfuric.

5. Bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hệ số cân bằng ưa nước-ưa chất béo (Hệ số HLB) của chất hoạt động bề mặt được xác định theo phương pháp Griffin nằm trong khoảng từ 13,0 đến 18,0.

6. Bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dẫn xuất dihydroxybenzen là 4-clo resorxinol, 5-metoxy resorxinol, clo hydroquinon hoặc 4-bromo resorxinol.

7. Bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó bề này có độ pH nằm trong khoảng từ -1 đến 4.

8. Bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó bề này chứa nguồn cation kim loại kiềm và/hoặc nguồn cation kim loại kiềm thổ.

9. Quy trình mạ inđi hoặc hợp kim inđi bao gồm các bước:

i. cung cấp nền (100) có ít nhất một bề mặt;

ii cho ít nhất một bề mặt của nền (100) này tiếp xúc với bề mạ chứa dung dịch nước inđi hoặc hợp kim inđi theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 và nhờ đó lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi được mạ lên ít nhất một phần của ít nhất một bề mặt, và

trong đó việc mạ lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi trong bước ii được thực hiện bằng phương pháp mạ điện.

10. Quy trình theo điểm 9, trong đó bề mặt là bề mặt kim loại hoặc hợp kim (100a).

11. Quy trình theo điểm 9 hoặc 10, trong đó quy trình mạ điện là quy trình

mạ thể tĩnh, tốt hơn là bằng cách sử dụng điện thế catot nhiều hơn so với điện thế mạch hở.

12. Quy trình theo điểm 10 hoặc 11, trong đó:

- ở bước ii, lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi là lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ nhất (101),
- ở bước ii, pha hỗn hợp (102) thu được, được làm bằng kim loại hoặc hợp kim của bề mặt (100a) và ít nhất một phần của lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ nhất (101),

trong đó quy trình này còn bao gồm các bước:

- iii. loại bỏ một phần hoặc toàn bộ lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ nhất chưa được chuyển hóa thành pha hỗn hợp (103);
- iv. mạ lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ hai (104) lên ít nhất một phần của bề mặt thu được ở bước iii (102a).

13. Quy trình theo điểm 12, trong đó việc mạ lớp inđi hoặc lớp hợp kim inđi thứ hai (104) ở bước iv được thực hiện bằng quy trình mạ điện và quy trình mạ điện này là quy trình mạ thể tĩnh, tốt hơn là bằng cách sử dụng điện thế catot nhiều hơn so với điện thế mạch hở.

14. Quy trình theo điểm 13 hoặc 14, trong đó bước iii được thực hiện bằng quy trình tẩy mạ điện và quy trình tẩy mạ điện này là quy trình tẩy mạ điện thể tĩnh, tốt hơn là bằng cách sử dụng điện thế anot nhiều hơn so với điện thế mạch hở.

Fig. 1:

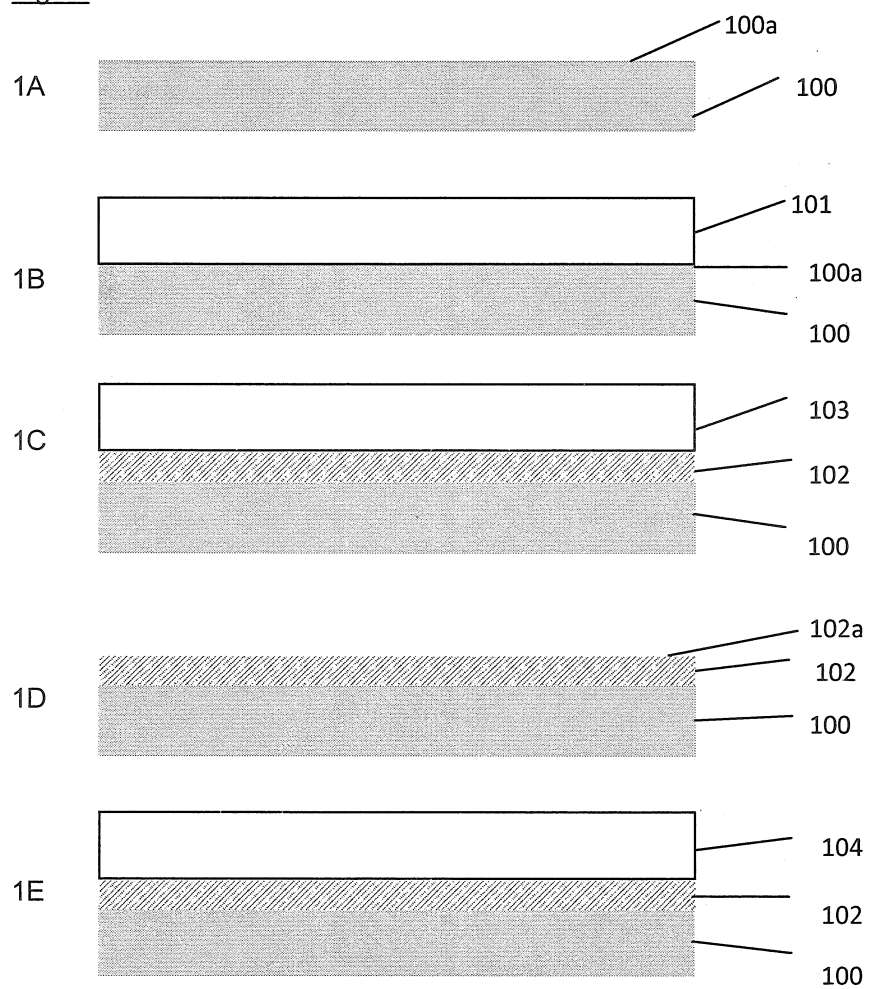


Fig. 2

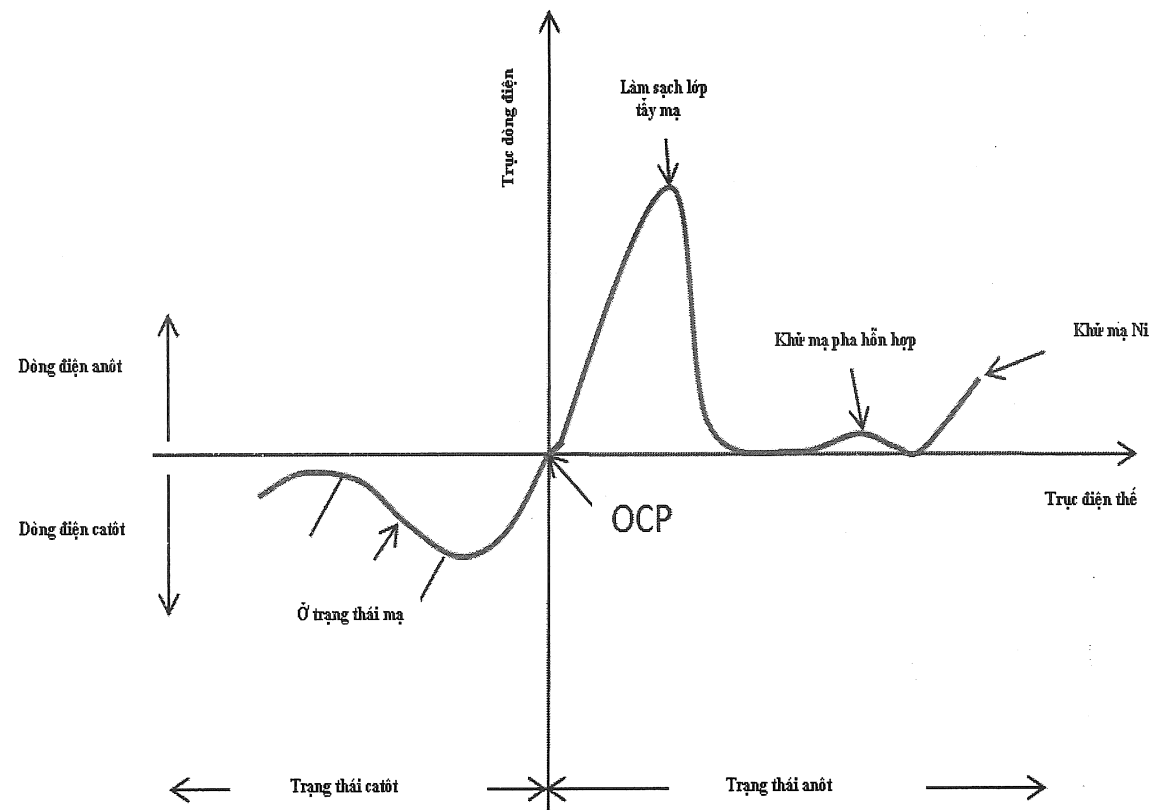


Fig. 3:

