

Technische Universität Ilmenau

Entwicklung von alkalischen Kupferelektrolyten auf Phosphonatbasis

Als Alternative zu Cyanid-haltigen Elektrolyten werden in diesem Beitrag neue alkalische Cyanid-freie Kupferelektrolyte auf Phosphonat-Basis vorgestellt. Phosphonate gelten als umweltfreundliche Komplexbildner, die in der Abwasserbehandlung leicht abbaubar sind.

Galvanische Kupferschichten werden als Erst-, Zwischen-, oder Endschichten in vielfältigen Anwendungsbereichen wie der Beschichtung von Kunststoffen und Zinkdruckguss sowie in der Leiterplatten- und Halbleiterindustrie eingesetzt. Saure Kupferelektrolyte eignen sich zur Beschichtung von unedlen Metallen wie Al, Zn, Fe und deren Legierungen wegen der Zementation des Kupfers nicht. Daher werden solche Oberflächen in der Regel mit alkalischen Kupferelektrolyten auf Cyanid-Basis beschichtet.

Es wurden die Phosphonsäuren ATMP (N(CH₂PO₃H₂)₃) Aminotrimethylenphosphonsäure und HEDP (CH₃CH₂(OH)(PO₃H₂)₂) 1-Hydroxy-(1,1 -diphosphonsäure) als Komplexbildner zur Abscheidung von Kupfer aus alkalischen Elektrolyten untersucht. Das Säure-Base- und Komplexbildungs-Verhalten wurde potentiometrisch mit Glas- sowie kupfersensitiven Elektroden charakterisiert, um eine Vorauswahl hinsichtlich des einzustellenden pH-Wertes, der Kupferkonzentration sowie des Komplexbildner-Kupfer-Verhältnisses treffen zu können. Dabei zeigte sich, dass die Umsetzung von HEDP und ATMP mit KOH nur bis zur vorletzten Stufe erfolgt. Durch die Komplexbildung mit Kupferionen dagegen wurden die Phosphona-

te vollständig deprotoniert. Es war auch möglich, durch die potentiometrische Titration nachzuweisen, dass ATMP stärkere Komplexe mit Kupferionen als HEDP bildet. Dabei nimmt die Konzentration der freien Kupferionen bei Erhöhung des pH-Wertes von 2,5 auf 9 um den Faktor 1.000 ab, bis zu einem pH-Wert von 11 sogar um acht Größenordnungen (Abbildung 1).

Für die angesetzten Phosphonat-haltigen Elektrolyte wurde die Badzusammensetzung, zum Beispiel Art und Konzentration des Komplexbildners, pH-Wert, über einen weiten Bereich variiert. Weitere untersuchte Einflussgrößen waren die Temperatur des Elektrolyten sowie die Stromdichte. Als Substrate wurden Stahlbleche eingesetzt, als Anode Kupferbleche. Die entwickelten Elektrolyte, insbesondere die mit HEDP, arbeiteten bei einem pH-Wert von 9 und im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis über 50° C. Sehr gute Ergebnisse erzielten Stromdichten bis zu 4 A/dm². Sowohl die kathodische als auch die anodische Stromausbeute lagen bei 100 Prozent.

Neben der Messung der kathodischen und anodischen Stromausbeute, der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit und der Viskosität wurde das elektrochemische Verhalten sowohl kathodisch als auch anodisch untersucht (Abbildung 2). Entsprechend dieser Ergebnisse wurde die Zusammensetzung der Elektrolyte angepasst, sodass optimale Bedingungen für die galvanischen Abscheidungen abgeleitet werden konnten.

Die mit einer Schichtdicke von 10 µm matt bis mattglänzend abgeschiedenen Kup-

Zur Person

Barakat Salloum (M. Sc.) studierte Werkstoffwissenschaft an der TU Ilmenau. In seiner Masterarbeit befasste er sich mit der Kupferabscheidung aus alkalischen cyanidfreien Phosphonat-haltigen Elektrolyten. Zurzeit arbeitet er im Rahmen eines Kooperationsprojekts sowohl als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fachgebiet Elektrochemie und Galvanotechnik TU Ilmenau als auch bei der Firma Emil Weiss Metallveredlung.



ferschichten wurden mittels Rasterelektronenmikroskopie und mikroskopischen Querschliffuntersuchungen charakterisiert, die Schichtdickenverteilung wurde mittels RFA bestimmt. Die REM Aufnahmen zeigen feinkörnige, dichte und kompakte Niederschläge mit wenigen einzelnen Aufwachsungen mit einem Durchmesser von etwa 2 µm (Abbildung 3).

Barakat Salloum

Weitere Informationen:

Prof. Andreas Bund

Tel.: +49 (0)3677/69-3107

andreas.bund@tu-ilmenau.de

www.tu-ilmenau.de/wt-ecg

Barakat Salloum

Tel.: +49 (0)3677/69-3116

barakat.salloum@tu-ilmenau.de

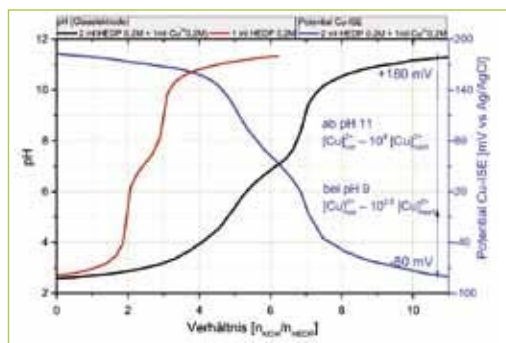


Abbildung 1: Potentiometrische Titration von HEDP und Cu-HEDP mit 0,1 M KOH. Die angegebenen Probenmengen wurden mit destilliertem Wasser auf 150 Milliliter ergänzt und titriert.

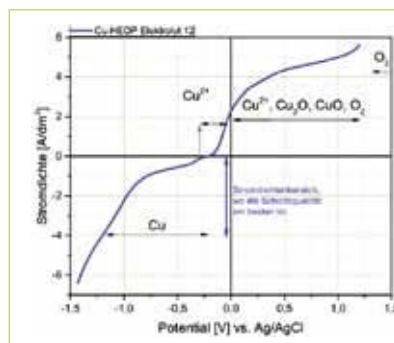


Abbildung 2: Stromdichte-Potenzial-Kurve eines Cu-HEDP-Elektrolyten

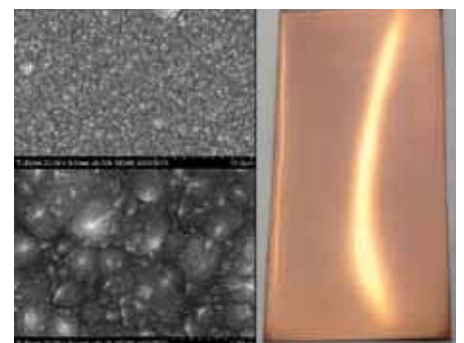


Abbildung 3: REM-Aufnahme einer Stahlprobe, die mit HEDP-Elektrolyt bei 4 A/dm² beschichtet wurde.