



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C25D 3/54 (2021.02)

(21)(22) Заявка: 2019141852, 17.12.2019

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
17.12.2019

Дата регистрации:
16.06.2021

Приоритет(ы):

(66) Номер(а) и дата(ы) подачи ранее поданной(ых)
заявки(ок): 2018146482 26.12.2018

(45) Опубликовано: 16.06.2021 Бюл. № 17

Адрес для переписки:
620002, Свердловская обл., г. Екатеринбург, ул.
Мира, 19, Центр интеллектуальной
собственности, Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):

Новиков Алексей Евгеньевич (RU),
Зайков Юрий Павлович (RU),
Исаков Андрей Владимирович (RU),
Шмыгалев Александр Сергеевич (RU),
Чернышев Александр Александрович (RU),
Останина Татьяна Николаевна (RU),
Трофимов Алексей Алексеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: CN 101899693 В, 30.05.2012. US
3755104 А1, 28.08.1973. SU 627188 А1, 05.10.1978.

(54) Электролит для получения рениевых пленок

(57) Реферат:

Изобретение относится к области гальванотехники и может быть использовано для получения тонких рениевых пленок, которые после нанесения на различные подложки могут быть использованы в качестве подслоя для высокотемпературной гальванопластики, для производства полупроводниковых элементов, использующихся в аэрокосмической технике, радиотехнике, электронике и других областях.

Электролит состоит из водного раствора, содержащего, г/л: HCl 200-350 и соединение рения в пересчете на металл 0,5-10,0. Технический результат: отсутствует необходимость введения дополнительных добавок, реализован низкий диапазон температур эксплуатации электролита, снижены ресурсоемкость и экологическая нагрузка. 1 табл., 6 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C25D 3/54 (2021.02)

(21)(22) Application: **2019141852, 17.12.2019**

(24) Effective date for property rights:
17.12.2019

Registration date:
16.06.2021

Priority:
(66) Number(s) and date(s) of filing of the earlier
submitted application(s): **2018146482 26.12.2018**

(45) Date of publication: **16.06.2021 Bull. № 17**

Mail address:
**620002, Sverdlovskaya obl., g. Ekaterinburg, ul.
Mira, 19, Tsentr intellektualnoj sobstvennosti,
Marks T.V.**

(72) Inventor(s):

**Novikov Aleksej Evgenevich (RU),
Zajkov Yuriy Pavlovich (RU),
Isakov Andrej Vladimirovich (RU),
Shmygalev Aleksandr Sergeevich (RU),
Chernyshev Aleksandr Aleksandrovich (RU),
Ostanina Tatyana Nikolaevna (RU),
Trofimov Aleksej Alekseevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal State Autonomous Educational
Institution of Higher Education Ural Federal
University named after the first President of
Russia B.N.Yeltsin (RU)**

(54) **ELECTROLYTE FOR THE PRODUCTION OF RHENIUM FILMS**

(57) Abstract:

FIELD: electroplating.

SUBSTANCE: invention relates to the field of electroplating, it can be used to produce thin rhenium films, which, after being applied to various substrates, can be used as a sublayer for high-temperature electroplating, for the production of semiconductor elements used in aerospace engineering, radio engineering, electronics and other fields. The electrolyte

consists of an aqueous solution containing, g/l: HCl 200-350 and rhenium compound in terms of metal 0.5-10.0.

EFFECT: technical result is the absence of need to introduce additional additives, a low operating temperature range of the electrolyte, reduced resource intensity and environmental load.

1 cl, 1 tbl, 6 ex

Изобретение относится к области синтеза наноматериалов, в частности к получению тонких пленок рения электролизом хлоридных водных растворов. Тонкие рениевые пленки, нанесенные на различные подложки, могут использоваться в качестве подслоя для высокотемпературной гальванопластики и являются перспективным материалом для производства полупроводниковых элементов, используемых в аэрокосмической технике, радиотехнике, электронике и других областях.

Известен сернокислый электролит /1/ для синтеза рениевых пленок электролизом. Электролит представляет собой водный раствор H_2SO_4 (pH 2), содержащий добавку сульфата натрия и использующийся при комнатной температуре. Недостатком данного электролита является то, что он содержит добавку сульфата натрия, которая необходима для поддержания должной электропроводности электролита. Это делает электролит более ресурсоемким. Кроме того использование H_2SO_4 в составе электролита повышает экологическую нагрузку. Согласно ГН 2.2.5.1313-03 от 30.04.2003 серная кислота относится ко 2 классу опасности с предельно допустимой концентрацией в области рабочей зоны 1 мг/м^3 .

Наиболее близким техническим решением (прототипом), позволяющим выделить фазу рения является солянокислый электролит осаждения /2/. Он представляет собой 10 % водный раствор HCl (pH 2.5), содержащий хлориды щелочных и/или щелочноземельных металлов и растворенные сульфиды рения. Данный электролит осаждения рения используют в диапазоне температур $50-105^\circ$. Недостаток солянокислого электролита заключается в том, что для поддержания стабильного электрохимического процесса получения рения необходимо сохранять высокую температуру, что приводит к повышению энергозатрат. Кроме того, повышенная температура (особенно в диапазоне $80-105^\circ$) вызывает интенсивное испарение компонентов электролита, что приводит к необходимости частой корректировки состава и контроля pH, а также к повышенной экологической нагрузке. Особенностью, дополнительно усложняющей электролит, является наличие в составе хлоридов щелочных и/или щелочноземельных металлов. Дополнительные компоненты в составе приводят к удорожанию электролита.

Технической задачей изобретения является снижение ресурсоемкости электролита, температуры процесса, экологической нагрузки и, как следствие, повышение технико-экономических показателей процесса электролиза тонких пленок рения.

Указанная задача достигается тем, что в качестве электролита для получения тонких рениевых пленок применяется водный раствор содержащий: HCl 200–350 г/л и соединение рения 0,5–10 г/л в пересчете на металл.

Техническим результатом является создание электролита, пригодного к использованию для получения тонких пленок рения электролизом в температурном диапазоне $20-48^\circ$. Заявляемый электролит можно охарактеризовать, как решение, в котором воплощены преимущества использования солянокислого раствора: отсутствует необходимость введения дополнительных добавок, реализован низкий диапазон температур эксплуатации электролита, снижена ресурсоемкость и экологическая нагрузка. Демонстрацией технического результата является получение тонких пленок рения и стабильность электролита по концентрации ионов рения в нем в течение электролиза. Применимость вышеизложенных параметров была проверена экспериментальным путем в рамках исследования по получению рениевых пленок на поверхности катода.

Для подтверждения возможности реализации изобретения и достижения заявленного

технического результата рассмотрим примеры осуществления изобретения (см. Таблицу).

Пример 1. Электрохимическое получение рениевого слоя проводят в водном растворе соляной кислоты (200 г/л), содержащей 0,501 г/л рения в пересчете на металл. Электролиз ведут при плотности тока $0,1 \text{ А/см}^2$ и температуре 25° , в течение 55 минут. При прохождении постоянного электрического тока через электролит на катоде выделяется фаза рения в виде равномерно распределенной по поверхности тонкой пленки. Концентрация рения в электролите после проведения электролиза составляет 0,500 г/л рения в пересчете на металл.

Пример 2. Электрохимическое получение рениевого слоя проводят в водном растворе соляной кислоты (200 г/л), содержащей 0,511 г/л рения в пересчете на металл. Электролиз ведут при плотности тока $0,1 \text{ А/см}^2$ и температуре 20° , в течение 56 минут. При прохождении постоянного электрического тока через электролит на катоде выделяется фаза рения в виде равномерно распределенной по поверхности тонкой пленки. Концентрация рения в электролите после проведения электролиза составляет 0,511 г/л рения в пересчете на металл.

Пример 3. Электрохимическое получение рениевого слоя проводят в водном растворе соляной кислоты (200 г/л), содержащей 2,512 г/л рения в пересчете на металл. Электролиз ведут при плотности тока $0,1 \text{ А/см}^2$ и температуре 48° , в течение 30 минут. При прохождении постоянного электрического тока через электролит на катоде выделяется фаза рения в виде равномерно распределенной по поверхности тонкой пленки. Концентрация рения в электролите после проведения электролиза составляет 2,512 г/л рения в пересчете на металл.

Пример 4. Электрохимическое получение рениевого слоя проводят в водном растворе соляной кислоты (300 г/л), содержащей 7,500 г/л рения в пересчете на металл. Электролиз ведут при плотности тока $0,2 \text{ А/см}^2$ и температуре 40° , в течение 25 минут. При прохождении постоянного электрического тока через электролит на катоде выделяется фаза рения в виде равномерно распределенной по поверхности тонкой пленки. Концентрация рения в электролите после проведения электролиза составляет 7,500 г/л рения в пересчете на металл.

Пример 5. Электрохимическое получение рениевого слоя проводят в водном растворе соляной кислоты (300 г/л), содержащей 10,080 г/л рения в пересчете на металл.

Электролиз ведут при плотности тока 1 А/см^2 и температуре 25° , в течение 20 минут. При прохождении постоянного электрического тока через электролит на катоде выделяется фаза рения в виде равномерно распределенной по поверхности тонкой пленки. Концентрация рения в электролите после проведения электролиза составляет 10,079 г/л рения в пересчете на металл.

Пример 6. Электрохимическое получение рениевого слоя проводят в водном растворе соляной кислоты (350 г/л), содержащей 5,001 г/л рения в пересчете на металл. Электролиз ведут при плотности тока $0,2 \text{ А/см}^2$ и температуре 25° , в течение 45 минут. При прохождении постоянного электрического тока через электролит на катоде выделяется фаза рения в виде равномерно распределенной по поверхности тонкой пленки. Концентрация рения в электролите после проведения электролиза составляет 5,001 г/л рения в пересчете на металл.

Таким образом, полученные экспериментальные данные подтверждают возможность достижения технического результата совокупностью существенных признаков, характеризующих заявленный электролит. Электролит пригоден для получения тонких

пленок рения при сниженной температуре электролиза в диапазоне 20–48°. При этом использование водного раствора соляной кислоты в диапазоне концентраций 200–350 г/л и отсутствие необходимости введения дополнительных добавок приводит к снижению экологической нагрузки. Кроме того, стабильность электролита по концентрации ионов рения, экспериментально выявленная до и после процесса электролиза, снижает ресурсоемкость электролита. Совокупность этих факторов значительно повышает технико-экономические показатели процесса электролиза тонких пленок рения за счет снижения ресурсо- и энергозатрат.

Источники:

1. Исследование электроосаждения тонких пленок рения методами электрохимического пьезокварцевого микровзвешивания и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (Study of the electrodeposition of rhenium thin films by electrochemical quartz microbalance and X-ray photoelectron spectroscopy) // Thin Solid Films. – 2005. – № 483. – Р. 50–59.

2. Патент US 3755104, публ. 28.08.1973.

(57) Формула изобретения

Электролит для получения рениевой пленки, состоящий из водного раствора, содержащего, г/л: HCl 200-350 и соединение рения в пересчете на металл 0,5-10,0.

№	HCl, г/л	T, °C	Время, мин.	C _{Re} , г/л до	C _{Re} , г/л после	Отметка о наличии Re на катоде	Примечание
1	200	25	55	0,501	0,500	Присутствует	Пленка, $i_k=0,1$ А/см ²
2	200	20	56	0,511	0,511	Присутствует	Пленка, $i_k=0,1$ А/см ²
3	200	48	30	2,512	2,512	Присутствует	Пленка, $i_k=0,1$ А/см ²
4	300	40	25	7,500	7,500	Присутствует	Пленка, $i_k=0,2$ А/см ²
5	300	25	20	10,080	10,079	Присутствует	Пленка, $i_k=1$ А/см ²
6	350	25	45	5,001	5,001	Присутствует	Пленка, $i_k=0,2$ А/см ²