

Дворников С.В.

## Режимы нанесения покрытия гальванического золота на детали и печатные платы в условиях опытного и серийного производства. Увеличение срока службы рабочего электролита. Методы извлечения золота

### *Основная применяемость золотого покрытия:*

1. Обеспечение низкого и стабильного во времени переходного сопротивления в электрических контактах;
2. Создание высокой проводимости вдоль поверхности;
3. Антифрикционное износостойкое покрытие, в том числе в условиях вакуума;
4. Термокомпрессионная сварка;
5. Обеспечение высокой коррозионной стойкости материалов в различных средах;
6. Декоративные и ювелирные изделия.

В зависимости от назначения покрываемых изделий толщину слоя золота выбирают от 0,1 до 15 мкм.

### *Состав электролита золочения:*

Для гальванического покрытия мы используем кислый электролит золочения состава:  $\text{KAu}(\text{CN})_2$  (6-8 г/л металл.), Сульфат кобальта (3,5 г/л), Лимонная кислота (60-80 г/л), который позволяет получить сплав золота - с чистотой 99,7%. Аноды - платинированный титан. Свободного цианида в таких электролитах нет, при этом данный комплекс золота очень прочный и не разрушается при кислых значениях pH.

Сплав золото-кобальт предотвращает образование хрупких интерметаллидов с обычными припоями (олово-свинец), а также придает золотому покрытию большую твердость и прочность, повышая тем самым износостойкость финишного покрытия.

### *Режимы нанесения покрытия*

В нашей лаборатории мы разработали систему сменности режимов осаждения золотого покрытия в зависимости от количественного состава металлического золота в рабочем растворе с учетом изменения электролитического процесса по усредненным внешним воздействиям.

### **Время осаждения покрытия (Зл-Ко) 98,5-99,5 толщина покрытия – 3 мкм**

| Количество золота в ванне<br>(в пер. на Ме), г/л | Удельная плотность тока, А/дм <sup>2</sup> |     |     |     |     |
|--|--|-----|-----|-----|-----|
|  | 0,3  | 0,4 | 0,5 | 0,6 | 0,7 |
| 10   | 35   | 27  | 21  | 18  | 15  |
| 9  | 39   | 30  | 23  | 20  | 17  |
| 8  | 44   | 33  | 27  | 22  | 19  |
| 7,5  | 47   | 35  | 28  | 24  | 20  |
| 7,0  | 50   | 38  | 30  | 25  | 22  |
| 6,5  | 54   | 41  | 33  | 27  | 23  |
| 6,0  | 59   | 44  | 35  | 30  | 25  |
| 5,5  | 64   | 48  | 39  | 32  | 28  |
| 5,0  | 70   | 53  | 42  | 35  | 30  |
| 4,5  | 78   | 59  | 47  | 39  | 34  |
| 4,0  | 88   | 66  | 54  | 44  | 38  |

-- оптимальные режимы осаждения золотого покрытия

### **По таблице:**

С увеличением концентрации металлического золота - уменьшается время выдержки в электролите, но эту зависимость нельзя считать прямо-пропорциональной, так как качество покрытия зависит и от плотности тока, рисунка схемы, состояния основного металла (меди, никеля), от количества металлизированных отверстий, от состояния комплекса, температурных режимов. Поэтому был проведен усредненный расчет, в результате позволяющий исключить ряд дефектов (пригар, краевой эффект, темное покрытие, дендритность и др.).

Расчет времени выдержки в электролите золочения был рассчитан за полугодовой промежуток времени при разной степени загруженности, наполнением примесями и температурными перепадами (и, соответственно, смещением РН раствора).

После проведения математического расчета по данным действующих нормативных документов (ГОСТ, ОСТ) средней скорости осаждения на единицу плотности тока (напр., на 1 А/дм<sup>2</sup> площади поверхности ПП) и проведенной работы по нанесению покрытий – были проведены неоднократные проверки толщины металлизации методом изготовления микрошлифа. Результаты замеров показали соответствие полученных данных заданной толщине покрытия.

В дополнение, был проведен ряд контрольных операций на качество готового финишного покрытия: адгезию, истирание, стойкость к едким химикатам и растворителям, повышенным токовым и температурным режимам.

В результате нанесения покрытий по режимам в оптимальных условиях (по табл.) мы получили высококачественное покрытие с хорошей адгезией, способное выдерживать длительное шлифование абразивными материалами, стойкое к высоким токовым нагрузкам (до 10 А/дм<sup>2</sup>, более не испытывали) и горячим едким химикатам (горячие растворы серной и соляной, азотной кислот, водного аммиака, прессования пленочной защитной маски при 110°C), даже капли припоя (ПОС61) при соскабливании с покрытия оставляют на нем слабый темный оттенок (соединения с оловом и свинцом), удаляемый механически без видимых остатков. Все это говорит о достаточной толщине гальванического золота при нанесении его в условиях «сжатой схемы».

Таким образом, мы регулируем технологический цикл, сокращая производственный процесс и ускоряя сдачу готовой продукции на больших партиях изделий при сохранении основной толщины по КД (в связи с этим была проведена корректировка норм трудоемкости, соответственно - на уменьшение, с учетом количества изделий в единовременной партии).

### ***Факторы, влияющие на качество золотого покрытия***

- механические и органические примеси, содержащиеся в защитном фоторезисте, изоляционных материалах, приспособлениях;
- ионы железа, никеля и меди, содержащиеся в материале изделия и покрытия подслоя (до 100 мг/л);
- и попросту – слишком высокие и низкие температуры в рабочем помещении.

1. Механические примеси удаляются стандартным 2-х стадийным фильтрованием.

2. Примеси вроде ионов металлов - из растворов золочения удаляются путем проработки электролита при плотности тока до 0,1 А/дм<sup>2</sup> в течение 2-3 часов.

3. Органические примеси – от остатков разложившегося защитного пленочного фоторезиста удаляются путем многоступенчатой очистки: перманганатное и пергидрольное осаждение органических веществ; адсорбция основного фильтрата и надосадочной жидкости и 3-4-х разовая фильтрация очищенного раствора.

4. Смена температуры также сильно влияет на химический состав электролита золочения:

В жаркое время года резко повышается РН раствора, что, естественно, влияет на адгезию и качество финишного покрытия в целом. Контроль и корректировка уровня кислотности раствора возвращает электролит в рабочее состояние.

Понижение температуры влечет за собой колоссальное выделение металлического золота в виде кристаллов комплекса основного металла с солями-комплексообразователями, (на фото) уменьшая, тем самым, содержание основного вещества в свободном виде, доступном для осаждения на поверхность детали или ПП. Своевременный прогрев электролита избавляет от таких потерь.



5. Влияние используемых химических реактивов, а именно, продукции различных фирм – также довольно критично для получения качественного финишного покрытия, что может привести к значительному уменьшению количества свободных солей. В данном случае проведение жесткого входного контроля - спасает от незапланированных потерь и перерасхода драгоценного металла.

Благодаря описанной технологии очистки жизнеспособность 20-30-ти литровой ванны увеличивается до 3-х - 3,5 лет (вместо года гарантийной работы по действующим стандартам) с сохранением нормальной работоспособности и возможностью дальнейшей переработки раствора и извлечения металлического золота.

#### ***Извлечения золота из отработанных электролитов***

В связи с высокой стоимостью металлосодержащей соли – дицианоаурата калия (1г – 900-1100 р.) целесообразным является извлекать металлическое золото из отработанных электролитов, сборников и промывных вод до состояния сухого остатка с небольшим количеством примесей.

Извлечение ведут химическим и электрохимическим способом, последний из которых является наиболее эффективным по чистоте получаемого продукта, малыми материальными затратами и трудоемкости.

При гальваническом осаждении образуется так называемый «королек» с чистотой осажденного золота до 95 – 97%.

Химическое осаждение производят в нагретом до 70-80 °С, в котором контактно осаждается золото на алюминиевые пластины (до 0,5 мм). Процесс продолжают до тех пор, пока не перестанут темнеть вновь введенные алюминиевые пластины и это занимает довольно длительное время. Далее пластины извлекают из электролита и растворяют их в щелочи, причем золото в виде порошка падает на дно, далее смесь разбавляется, фильтруется, многократно очищается от хлористых соединений и выпаривается. В данном случае можно получить золотосодержащую смесь с чистотой до 60-70%.