



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2008129905/02, 22.07.2008

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
22.07.2008

(45) Опубликовано: 27.02.2010 Бюл. № 6

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2112077 C1, 27.05.1998. RU 2293138
C2, 10.02.2007. JP 2007023382 A, 01.02.2007.
EP 1645658 A1, 12.04.2006. JP 2007217751 A,
30.08.2007.

Адрес для переписки:

115211, Москва, М-211, а/я 8, И.А.Петренко

(72) Автор(ы):

**Струкова Галина Кузьминична (RU),
Струков Геннадий Васильевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Струкова Галина Кузьминична (RU),
Струков Геннадий Васильевич (RU)**

**(54) СПОСОБ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЯ ИЗ ЗОЛОТА И ЕГО СПЛАВОВ НА
МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ДЕТАЛИ И КОМПОЗИЦИИ ИНГРЕДИЕНТОВ ДЛЯ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ
СПОСОБА**

(57) Реферат:

Группа изобретений относится к области нанесения покрытий из золота и его сплавов на металлические детали без приложения электрического тока с использованием композиций, не содержащих цианидов и других ядовитых реагентов. Способ включает обезжиривание, химическое травление, активирование, промывку и обработку подготовленных деталей композицией для нанесения покрытия. Активирование деталей осуществляют обработкой композицией, содержащей, мас. %:

золотохлористоводородная кислота 0,1-0,3, хлорид серебра 0,05-0,2, хлорид кобальта 0,1-0,3, хлорид аммония 0,1-0,5, пропиленкарбонат 5-22, диметилсульфоксид - остальное, при температуре 70-90°C в течение 30-90 секунд, а нанесение покрытия осуществляют обработкой подготовленных деталей композицией, содержащей, мас. %:

галогенид золота или

золотохлористоводородная кислота в расчете на металл 0,1-0,5, хлорид аммония 0,2-1,0, борная кислота 0,1-1,5, нитрит натрия 0,1-0,5, и/или хлорид кобальта 0,1-1,0, и/или хлорид металла, образующего сплав с золотом, 0,1-2,0, пропиленкарбонат 5-22, диметилсульфоксид - остальное. При этом детали в процессе активирования и нанесения покрытия встряхивают с частотой 60-90 колебаний в минуту. Группа изобретений позволяет создать надежный и эргономичный способ нанесения покрытия из золота и его сплавов на металлические детали с возможностью активирования поверхности детали, в том числе с подслоем химниделя, композицией, ускоряющей процесс роста золотого покрытия с возможной интенсификацией процесса при экологически безопасном бестоковом золочении деталей сложной формы, в том числе имеющих подслои химниделя, с получением покрытия толщиной до 1,5 мкм. 3 н.п. ф-лы, 1 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

C23C 18/18 (2006.01)*C23C 18/42* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2008129905/02, 22.07.2008**(24) Effective date for property rights:
22.07.2008(45) Date of publication: **27.02.2010 Bull. 6**

Mail address:

115211, Moskva, M-211, a/ja 8, I.A.Petrenko

(72) Inventor(s):

**Strukova Galina Kuz'minichna (RU),
Strukov Gennadij Vasil'evich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Strukova Galina Kuz'minichna (RU),
Strukov Gennadij Vasil'evich (RU)****(54) METHOD OF COATING FROM GOLD AND ITS ALLOYS ON METALLIC PARTS AND COMPOSITIONS OF INGREDIENTS FOR METHOD IMPLEMENTATION**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: inventions relate to field of coating from gold and its alloys on metallic details without current application with usage of compositions, not containing cyanides and other noxious reactants. Method includes defatting, chemical etching, activation, washing and treatment of prepared details by composition for coating. Activation of details is implemented by treatment by composition, containing, wt %: chloraurate hydrogen acid 0.1-0.3, silver chloride 0.05-0.2, cobalt chloride 0.1-0.3, sal ammoniac 0.1-0.5, propylene carbonate 5-22, dimethyl sulfoxide - the rest, at temperature 70-90 °C during 30-90 seconds, and coating is implemented by treatment of prepared details by composition, containing, wt %: gold halogenide or chloraurate hydrogen acid, in accounting to metal 0.1-0.5, sal ammoniac

0.2-1.0, boric acid 0.1-1.5, sodium nitrite 0.1-0.5, and/or cobalt chloride 0.1-1.0, and/or metal chloride, forming alloy with gold 0.1-2.0, propylene carbonate 5-22, dimethyl sulfoxide - the rest. Additionally details during the activation process and coating is jogged at a rate 60-90 oscillations per minute.

EFFECT: invention provides creation of reliable and ergonomic method of coating from gold and its alloys on metallic details with ability of detail surface activation, including with sublayer of chemical nickel, composition, accelerating process of growing of gold coating with possible intensification of process at ecologically friendly no-current gilding of details of complex shape, including allowing sublayer of chemical nickel, with receiving of coating of thickness up to 1,5 mcm.

3 cl, 1 tbl, 9 ex

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

Группа изобретений относится к области нанесения покрытий из золота и его сплавов с другими металлами на металлические детали способами без приложения электрического тока из композиций, не содержащих цианидов и других ядовитых
5 реагентов, и может быть использована в микроэлектронике и электрорадиотехнике.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Группа изобретений относится к нанесению покрытия из золота и его сплавов с другими металлами на детали из никеля и его сплавов, меди и медных сплавов,
10 нержавеющей стали методами без приложения электрического тока из композиций, не содержащих цианидов и других ядовитых реагентов.

Золотое покрытие находит применение в микроэлектронике и электрорадиотехнике для защиты контактных площадок и рабочих поверхностей приборов от окисления и коррозии, придания им способности к пайке, приварке алюминиевых или золотых
15 контактных проволочек, а также для придания изделиям необходимых электрофизических характеристик.

В ряде технических задач требуется использование сплавов золота с легирующими добавками других металлов, а именно серебра, палладия, кобальта, никеля, олова,
20 придающих сплаву повышенные твердость и износостойкость, пониженную температуру плавления и другие технологические свойства.

Аналогами одного из предлагаемых изобретений являются способы золочения металлических деталей в растворе без приложения электрического тока, т.е. бестоковые методы, применяемые в тех случаях, когда подведение электрического
25 тока к покрываемым деталям технически невозможно или затруднено, например в современных печатных платах с высокой плотностью элементов, либо в случаях, когда электрическое поле вовсе отсутствует: внутренние полости, каналы, отверстия в изделиях сложной формы. Уровень техники в этой области характеризуется
30 нанесением золотого покрытия на металлические детали из растворов золочения с помощью иммерсионных и химических методов. Иммерсионное золотое покрытие - «immersion gold» - получается в результате реакции замещения, в ходе которой поверхностные слои металлической детали растворяются с одновременным
35 восстановлением на поверхности комплексных ионов золота из раствора и осаждением золотой пленки.

Золотое покрытие, получаемое химическим способом - «electroless gold». В химическом способе, называемом обычно «electroless» - бестоковый или «autocatalytic» - автокаталитический, раствор золочения обязательно содержит
40 химический агент-восстановитель - reducing agent, а реакция восстановления золота из комплексных ионов и формирование золотого покрытия происходят на поверхности детали, обладающей каталитическими свойствами. В большинстве случаев золотое покрытие наносят на подслой химического никеля толщиной 4-5 мкм и содержанием фосфора 8-10%, этот подслои служит защитой медной детали от коррозии и
45 барьерным слоем, препятствующим взаимной диффузии меди и золота.

Способ золочения должен обеспечивать надежное нанесение золотого покрытия на подслои химического никеля.

Известны бестоковые способы золочения металлических деталей в водных растворах, содержащих цианистое соединение золота - дицианаурат, либо соединение
50 золота в присутствии цианидов щелочных металлов. Цианистые электролиты широко распространены в практике до сих пор и трудно поддаются замене. Этот факт объясняется тем, что в водных растворах цианистое комплексное соединение золота

обладает и необходимой для технологии стабильностью, и необходимой химической активностью в реакциях замещения и восстановления.

Известен процесс бестокового осаждения пленки золота из водного раствора, содержащего цианистое соединение золота в количестве 0,5-10 г/л в расчете на металл, щавелевую кислоту или ее соль в количестве 5-50 г/л, а также дополнительно этилендиаминтетрауксусную кислоту или ее соль для растворения металла основы [1].

Известны также работы по нанесению золотого покрытия из водных цианистых растворов бестоковыми химическими способами - бестоковое нанесение золотого покрытия на подслой химического никеля из ванны, содержащей дицианаурат и гипофосфит натрия в качестве агента-восстановителя [2].

Недостатком вышеуказанных аналогов является использование в растворе золочения ядовитых цианистых соединений.

Известны бестоковые способы золочения на основе водных растворов с использованием вместо цианидов иных, значительно менее токсичных комплексообразующих соединений.

Известен бестоковый иммерсионный способ и слаботоксичный водный раствор золочения, не содержащий цианидов, на основе водорастворимого нецианистого соединения золота и соли пиросернистой кислоты с катионом аммония, щелочного или щелочно-земельного металлов. Раствор может дополнительно содержать соединение сернистой кислоты и соединение аминокарбоновой кислоты [3]. Существенным признаком указанного способа является повышение экологической безопасности бестокового метода золочения за счет введения в раствор золочения других комплексообразующих соединений взамен ядовитых цианидов.

Недостатком данного способа является недостаточная толщина - менее 0,15 мкм - покрытия, не обеспечивающая достижение необходимых электрофизических свойств изделий с покрытием.

Кроме того, указанный способ по своей химической сущности не обеспечивает возможность получения покрытия из сплавов золота с другими металлами, это связано с константами нестойкости металлокомплексов, их растворимостью, а также с тем, что использованные комплексообразователи не позволяют в достаточной для совместного осаждения мере сблизить потенциалы восстановления комплексов.

Известен способ нанесения покрытия из благородных металлов на металлические детали, по которому подготовленные детали обрабатывают при температуре 20-150°C металлирующим раствором нецианистой соли благородного металла, например, нитрата, галогенида, сульфата, ацетата в органическом растворителе из группы диглим, триглим, тетраглим, триалкилфосфаты, например, триметилфосфат, трибутилфосфат, серусодержащие растворители, например, сульфолан, диметилсульфоксид, а также уксусная кислота, этиленгликоль, пропиленкарбонат [4].

Известен также способ нанесения покрытия из благородных металлов, а также никеля, меди, ртути, индия, висмута и сурьмы на металлические детали, по которому подготовленные детали обрабатывают при температуре 20-150°C металлирующим раствором нецианистой соли благородного металла, например, нитрата, галогенида, сульфата, ацетата в органическом растворителе из группы триалкилфосфатов, например, триметил-трибутилфосфат, или серусодержащих растворителей, например, сульфолан, диметилсульфоксид, и/или уксусную кислоту, и/или этиленгликоль, и/или пропиленкарбонат [5].

Известен также раствор и способ бестокового нанесения покрытия, в котором металлирующий раствор готовят растворением галогенида, нитрата, ацетата или

цитрата металла в алкилсульфоксиде с числом атомов углерода в алкиле от 1 до 3, или в тетраметилсульфоксиде [6].

Вышеприведенные способы [4], [5], [6] имеют общие существенные признаки, а именно способ нанесения покрытий заключается в том, что в качестве
 5 металлирующего раствора для покрываемых изделий берут раствор нецианистых солей металлов, например, галогенидов, нитратов, сульфатов или карбоксилатов в химически совместимом с солями металлов и технологически безопасном органическом растворителе. Именно эти существенные признаки обеспечивают
 10 принципиальное решение задачи создания экологически безопасного бестокового метода нанесения покрытия из золота, а также и его сплавов на металлические подложки и положительный эффект способа в виде адгезионно-прочных пленок покрытия.

Экологическая безопасность в вышеприведенных способах достигается тем, что в
 15 металлирующем растворе используют нетоксичные или слаботоксичные соединения золота взамен ядовитых цианидов, а роль комплексообразующего соединения вместо цианидов выполняет нетоксичный апротонно-диполярный органический растворитель, обладающий высокими значениями донорного числа и диэлектрической
 20 проницаемости, способный образовывать прочные комплексы как с благородными металлами, так и с металлами подложки.

Использованием указанных органических растворителей в силу их универсальной комплексообразующей способности достигается получение покрытия из сплавов
 25 золота с другими металлами. Проведение процесса в неводной среде апротонного органического растворителя позволило исключить побочные реакции с водой, сопровождающиеся газовыделением и образованием оксидной пленки, и получить плотные пленки покрытия с высокими значениями адгезионной прочности.

Из всех вышеприведенных аналогов наиболее близким к заявляемому способу
 30 является способ [6] создания экологически безопасного бестокового метода нанесения покрытия из золота и его сплавов. Однако способ [6] не позволяет достичь конкретный технический результат, а именно нанести с помощью экологически безопасного бестокового метода на подслой химникеля с содержанием 8-10% фосфора однородное и адгезионнопрочное золотое покрытие с толщиной, обеспечивающей
 35 требуемые техническими условиями значения электрофизических характеристик измерительного эталонного устройства - аттенюатора, при использовании способа [6] возможно получение покрытия с плохой адгезией и недостаточной толщиной.

В способе [6] активирование детали перед нанесением покрытия осуществляют в
 40 водных растворах соляной и серной кислот с последующей водной промывкой и сушкой. К недостаткам способа, относящиеся к операции активирования деталей с подслоем химникеля можно отнести:

- необходимость дополнительной операции сушки деталей перед покрытием, что усложняет техпроцесс и увеличивает процент брака;
- 45 - увеличение процента брака при активировании деталей со «старым» никелем, т.е. деталей с подслоем химникеля, пролежавших на воздухе одни сутки и более.

Техническим результатом, на достижение которого направлена предлагаемая группа изобретений, является создание надежного и эргономичного способа
 50 нанесения покрытия из золота и его сплавов на металлические детали с возможностью активирования поверхности детали, в том числе с подслоем химникеля, перед золочением с введением в состав композиций для осуществления способа компонентов, ускоряющих процесс роста золотого покрытия с возможной

интенсификацией процесса, экологически безопасного бестокового способа, обеспечивающего получение покрытия из сплавов золота с другими металлами и позволяющего наносить на детали сложной формы, в том числе с подслоем химникеля, золотое покрытие с толщиной до 1,5 мкм.

РАСКРЫТИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Для достижения указанного технического результата предложены:

Композиция для активирования металлических деталей перед нанесением на них покрытия из золота и его сплавов, включающая золотохлористоводородную кислоту, хлорид серебра, хлорид кобальта, хлорид аммония в органическом растворителе диметилсульфоксиде, содержащем пропиленкарбонат, при следующем соотношении ингредиентов, мас. %:

золотохлористоводородная кислота	0,1-0,3
хлорид серебра	0,05-0,2
хлорид кобальта	0,1-0,3
хлорид аммония	0,1-0,5
пропиленкарбонат	5-22
диметилсульфоксид	остальное

Композиция для нанесения покрытия из золота и его сплавов на металлические детали, включающая галогенид золота или золотохлористоводородную кислоту, хлорид аммония, борную кислоту, нитрит натрия и/или хлорид кобальта, и/или хлорид металла, образующего сплав с золотом, в органическом растворителе диметилсульфоксиде, содержащем пропиленкарбонат, при следующем соотношении ингредиентов, мас. %:

галогенид золота	
или золотохлористоводородная кислота,	
в расчете на металл	0,1-0,5
хлорид аммония	0,2-1,0
борная кислота	0,1-1,5
нитрит натрия	0,1-0,5
и/или хлорид кобальта	0,1-1,0
и/или металла, образующего сплав с золотом	0,1-2,0
пропиленкарбонат	5-22
диметилсульфоксид	остальное

Способ нанесения покрытия из золота и его сплавов на металлические детали, включающий обезжиривание, химическое травление, активирование, промывку и обработку подготовленных деталей металлирующим раствором. Активирование металлических деталей, в том числе с подслоем химического никеля, перед золочением осуществляют обработкой в металлирующем растворе, в качестве которого используют композицию для активирования металлических деталей перед нанесением на них покрытия из золота и его сплавов, включающую, мас. %:

золотохлористоводородную кислоту 0,1-0,3, хлорид серебра 0,05-0,2, хлорид кобальта 0,1-0,3, хлорид аммония 0,1-0,5, пропиленкарбонат 5-22, диметилсульфоксид - остальное, при температуре 70-90°C в течение 30-90 секунд, а нанесение покрытия осуществляют обработкой подготовленных деталей композицией, содержащей, мас. %: галогенид золота или золотохлористоводородную кислоту в расчете на металл 0,1-0,5, хлорид аммония 0,2-1,0, борная кислота 0,1-1,5, нитрит натрия 0,1-0,5, и/или хлорид кобальта 0,1-1,0, и/или хлорид металла, образующего сплав с золотом 0,1-2,0, пропиленкарбонат 5-22, диметилсульфоксид - остальное. При

этом детали в процессе активирования и нанесения покрытия встряхивают с частотой 60-90 колебаний в минуту.

Предлагаемый способ нанесения покрытий из золота и его сплавов на металлические детали, включающий обезжиривание, химическое травление, активирование, промывку и обработку подготовленных деталей металлирующим раствором отличается от известных тем, что активирование металлических деталей с подслоем химического никеля перед золочением осуществляют обработкой при температуре 70-90°C в течение 30-90 секунд в металлирующем растворе, в качестве которого используют композицию для активирования металлических деталей перед нанесением на них покрытия из золота и его сплавов, включающую золотохлористоводородную кислоту, хлорид серебра, хлорид кобальта, хлорид аммония в органическом растворителе диметилсульфоксиде, содержащем пропиленкарбонат, металлические детали в процессе активирования и нанесения покрытия встряхивают с частотой 60-90 колебаний в минуту, золочение проводят, используя композицию для нанесения покрытий из золота и его сплавов на металлические детали, включающую золото в виде галогенида или золотохлористоводородной кислоты, хлорид аммония, борную кислоту, нитрит натрия, и/или хлорид кобальта, и/или хлорид металла, образующего сплав с золотом, в органическом растворителе диметилсульфоксиде, содержащем пропиленкарбонат.

Одно из существенных отличий и преимуществ предложенного способа состоит в том, что композиция для активирования металлических деталей перед нанесением на них покрытия из золота и его сплавов - раствор активирования - составлен на основе того же органического растворителя, что и композиция для нанесения покрытий из золота и его сплавов на металлические детали - раствор золочения, поэтому перед золочением не требуется дополнительная операция сушки деталей и упрощается технологический процесс.

Предложенные - композиция для активирования металлических деталей перед нанесением на них покрытия из золота и его сплавов - раствор активирования и режим активирования обеспечивают надежное активирование химникеля, в том числе и «старого», и получение сплошного и адгезионнопрочного покрытия в ходе последующей операции бестокового нанесения покрытия при обработке металлических деталей в композиции для нанесения покрытий из золота и его сплавов на металлические детали - растворе золочения.

Другое существенное отличие предлагаемого способа состоит в том, что в состав композиции для нанесения покрытий из золота и его сплавов на металлические детали - раствор золочения - включены такие ингредиенты, как борная кислота, нитрит натрия и/или хлорида кобальта, а также хлорид металла, образующего сплав с золотом, в органическом растворителе диметилсульфоксиде, содержащем пропиленкарбонат. Борная кислота и/или хлорид кобальта ускоряют процесс бестокового осаждения покрытия на подслое химникеля, а нитрит натрия усиливает их действие. Введение борной кислоты и/или хлорида кобальта вместе с нитритом натрия увеличивает толщину покрытия на 35-65%. Введение малотоксичного пропиленкарбоната на 5-15% увеличивает толщину покрытия и улучшает технологические свойства раствора: снижает температуру замерзания растворителя и раствора, препятствуя его замерзанию в производственных помещениях зимой, и повышает температуру вспышки раствора.

Процедура встряхивания металлических деталей в процессе активирования и нанесения покрытия, проводимая с частотой 60-90 колебаний в минуту, обеспечивает

равномерность покрытия и увеличивает его толщину на 10-25% за счет отвода продуктов реакции с поверхности и интенсификации процесса, при этом удается избежать растравливания дефектов поверхности, что имеет место при использовании ультразвуковой ванны.

Предлагаемые способ и композиции для его осуществления позволяют решить техническую задачу также в части экологически безопасного бестокового золочения металлических деталей с достижением заданного технического результата.

Примеры

Для нанесения покрытий из золота и его сплавов на металлические детали проводят обезжиривание, химическое травление, активирование, промывку и обработку подготовленных деталей металлирующим раствором, однако если нет необходимости, химическое травление металлических деталей можно не проводить.

Детали активировали в течение 30-90 сек в предлагаемой в настоящем изобретении композиции для активирования при температуре 70-90°C и встряхивании с частотой 60-90 движений в мин, затем промывали в пропиленкарбонате или смешанном растворителе пропиленкарбонат-диметилсульфоксид и переносили в ванну для золочения.

Процесс золочения проводили при 50-90°C в течение 0,5-15 мин, встряхивая металлическую деталь, погруженную в раствор золочения, с частотой 60-90 колебательных движений в минуту. Далее металлические детали с покрытием промывали в пропиленкарбонате или смешанном растворителе пропиленкарбонат-диметилсульфоксид, затем в воде и сушили.

Определение элементного состава покрытия проводили методом рентгеноспектрального анализа с применением растрового электронного микроскопа CAMSCAN MV 2300. Толщину покрытия определяли по величине привеса образца с известной величиной поверхности после нанесения на него покрытия, а также из данных рентгеноспектрального анализа, используя калибровочные кривые. Сплошность поверхности покрытия определяли осмотром в оптическом микроскопе. Адгезионную прочность покрытия проверяли с помощью теста на отрыв скотч-ленты, этот способ контроля повсеместно используется практиками для характеристики адгезии покрытия. Конкретные примеры нанесения покрытий из золота и его сплавов предлагаемым способом приведены в таблице, где ЗХВК - золотохлористоводородная кислота, ХЗ - хлорид золота, ДМСО - диметилсульфоксид, ПК - пропиленкарбонат.

Примеры, когда полученное предлагаемым способом покрытие выдерживает тест и не отрывается скотч-лентой от основы, обозначены в таблице знаком «+». Количество золотохлористоводородной кислоты и хлорида золота приведено в расчете на металл.

Используют безводный хлорид кобальта, а также безводные хлориды металлов, образующих сплавы с золотом: хлориды никеля и палладия.

В примерах осуществления №1-8 таблицы в соответствии с предлагаемыми изобретениями золотое покрытие наносили на подложку химникеля толщиной 4-5 мкм с содержанием фосфора 8-10%.

В примере №6 таблицы покрытие наносили на «старый» химникель, который находился в производственном помещении 1 год.

В примерах №7 и 8 таблицы получено покрытие из сплава золото-олово и трехкомпонентного сплава золото-палладий-никель.

В примере №9 таблицы покрытие наносили непосредственно на медную основу.

Приведенные примеры подтверждают осуществление надежного и эргономичного способа нанесения покрытия из золота и его сплавов на металлические детали с

возможностью активирования подслоя химникеля перед золочением с введением в состав композиций для осуществления способа компонентов, ускоряющих процесс роста золотого покрытия с возможной интенсификацией процесса, экологически безопасного бестокового способа, обеспечивающего получение покрытия из сплавов золота с другими металлами и позволяющего наносить на детали сложной формы по подслою химникеля золотое покрытие с толщиной до 1,5 мкм.

В том числе предлагаемая группа изобретения позволяет наносить экологически безопасным бестоковым покрытие из золота и его сплавов на подслою химического никеля, в том числе и «старого», а также непосредственно на медную подложку. Полученное предлагаемой группой изобретений покрытие является сплошным, адгезионнопрочным и решает техническую задачу по достижению необходимой толщины покрытия.

ПРОМЫШЛЕННАЯ ПРИМЕНИМОСТЬ

Группа изобретений относится к области нанесения покрытий из золота и его сплавов с другими металлами на металлические детали способами без приложения электрического тока из композиций, не содержащих цианидов и других ядовитых реагентов, и может быть использована в микроэлектронике и электрорадиотехнике. Предлагаемый способ нанесения покрытия из золота и его сплавов на металлические детали надежен и эргономичен в применении, несложен в эксплуатации. Способ прошел испытания в лаборатории и в производственных условиях. Предлагаемым способом были нанесены покрытия из золота или сплавов золота на отдельные образцы массовой продукции микроэлектроники и электрорадиотехники, в том числе печатных плат и электроконтактов, а также деталей аттенюатора. Проведенные испытания изделий с покрытием удовлетворяют техническим требованиям. В производственных условиях изготовлена опытная партия изделий с золотым покрытием. Способ рекомендован для нанесения покрытий из золота и его сплавов на металлические детали в условиях производства. Техничко-экономический расчет показывает, что при замене существующей технологии цианистого золочения на предлагаемую технологию реальное снижение себестоимости золотого покрытия в зависимости от конкретного вида продукции и технологического оформления процесса может достигать 50%. Таким образом, внедрение разрабатываемой технологии в производство позволит удешевить себестоимость продукции с золотым покрытием за счет упрощения процесса и повышения производительности, а также за счет удаления из производства веществ повышенной опасности - ядовитых цианидов.

№	Состав активирующего раствора // Состав металлирующего раствора	Режим		Толщина покрытия, мкм	Адгезия
		Температура, °C	Время, мин		
1	ЗХВК - 0,1; AgCl - 0,2; NH ₄ Cl - 0,2; CoCl ₂ - 0,2; ПК 22,0; ДМСО - остальное //	85	0,5		
	ЗХВК - 0,5; NH ₄ Cl - 0,7; H ₃ BO ₃ - 1,5; NaNO ₂ - 0,5; CoCl ₂ - 0,7; ПК 22,0; ДМСО - остальное	90	12	1,5	+
2	ЗХВК - 0,2; AgCl - 0,1; NH ₄ Cl - 0,25; CoCl ₂ - 0,2; ПК 5,4; ДМСО - остальное //	80	1,5		
	ХЗ - 0,2; NH ₄ Cl - 0,2; H ₃ BO ₃ - 0,5; NaNO ₂ - 0,5; CoCl ₂ - 0,3; ПК 22,0; ДМСО - остальное	80	10	0,7	+
3	ЗХВК - 0,1; AgCl - 0,15; NH ₄ Cl - 0,3; CoCl ₂ - 0,1; ПК 10,8; ДМСО - остальное //	70	1		
	ЗХВК - 0,3; NH ₄ Cl - 0,5; H ₃ BO ₃ - 0,8; NaNO ₂ - 0,2; CoCl ₂ - 0,5; ПК 10,8; ДМСО - остальное	75	10	0,9	+
4	ЗХВК - 0,1; AgCl - 0,15; NH ₄ Cl - 0,2; CoCl ₂ - 0,2; ПК 22,0; ДМСО - остальное //	75	1		

		ХЗ-0,5; NH ₄ Cl - 1,0; H ₃ BO ₃ - 0,9; NaNO ₂ - 0,5; CoCl ₂ - 0,5; ПК 16,1; ДМСО - остальное	85	15	1,3	+
5	5	ЗХВК - 0,1; AgCl - 0,08; NH ₄ Cl - 0,25; CoCl ₂ - 0,2; ПК 16,1; ДМСО - остальное //	70	1		
		ЗХВК - 0,4; NH ₄ Cl - 0,8; H ₃ BO ₃ - 0,6; NaNO ₂ - 0,4; CoCl ₂ - 1,0; ПК 22,0; ДМСО - остальное	75	0,5	0,15	+
	6	ЗХВК - 0,3; AgCl-0,2; NH ₄ Cl-0,5; CoCl ₂ -0,3; ПК 16,1; ДМСО - остальное //	90	1,5		«старый никель»
		ЗХВК - 0,45; NH ₄ Cl - 0,9; H ₃ BO ₃ - 0,8; NaNO ₂ - 0,4; CoCl ₂ -0,8; ПК 22,0; ДМСО - остальное	90	13	1,5	+
10	7	ЗХВК - 0,1; AgCl-0,13; NH ₄ Cl-0,2; CoCl ₂ -0,15; ПК 10,8; ДМСО - остальное //	75	1		покрытие сплавом Au-Sn
		ЗХВК - 0,3; NH ₄ Cl - 0,8; H ₃ BO ₃ - 0,6; NaNO ₂ - 0,35; SnCl ₂ - 0,45; CoCl ₂ - 0,1; ПК 5,4; ДМСО - остальное	70	9	0,5	+
15	8	ЗХВК - 0,1; AgCl - 0,1; NH ₄ Cl - 0,2; CoCl ₂ - 0,15; ПК 10,8; ДМСО - остальное //	75	1		покрытие сплавом Au-Pd-Ni
		ЗХВК - 0,2; NH ₄ Cl - 0,3; H ₃ BO ₃ - 0,6; NaNO ₂ - 0,3; PdCl ₂ - 0,2; NiCl ₂ - 0,45; ПК 5,4; ДМСО - остальное	90	10	0,5	+
20	9	ЗХВК - 0,1; AgCl - 0,05; NH ₄ Cl - 0,1; CoCl ₂ - 0,1; ПК 10,8; ДМСО - остальное //	70	1		«прямое» золочение по меди
		ЗХВК - 0,1; NH ₄ Cl - 0,2; H ₃ BO ₃ - 0,3; NaNO ₂ - 0,1; CoCl ₂ - 0,2; ПК 5,4; ДМСО - остальное	50	5	0,1	+

ИСТОЧНИКИ ИНФОРМАЦИИ

1. Патент JP 2007023382; Публ. 2007.02.01. МПК8 C23C 18/42, C23C 18/31.
2. T.N.Vorobyova, S.K.Poznyak, A.A.Rimskaya and O.N.Vrublevskaya. Electroless gold plating from a hypophosphite-dicyanoaurate bath. Surface and Coatings Technology, Vol.176, No.3, 2004, pp.327-336.
3. Патент EP 1645658; Публ. 2006.04.12. МПК8 C23C 18/31, C23C 18/42.
4. Заявка РФ №5032094/02, пр. 13.04.92, кл. C23C 18/42, B22F 7/00.
5. Патент РФ №2112077 от 11.04.96, МПК 6 C23C 18/31, 18/32, 18/38, 18/42.
6. Патент JP 2007217751; Публ. 2007.08.30. МПК8 C23C 18/31, C23C 18/31.

Формула изобретения

1. Композиция для активирования металлических деталей перед нанесением покрытия из золота и его сплавов, включающая золотохлористоводородную кислоту, хлорид серебра, хлорид кобальта, хлорид аммония, пропиленкарбонат в органическом растворителе диметилсульфоксиде при следующем соотношении ингредиентов, мас. %:

золотохлористоводородная кислота	0,1-0,3
хлорид серебра	0,05-0,2
хлорид кобальта	0,1-0,3
хлорид аммония	0,1-0,5
пропиленкарбонат	5-22
диметилсульфоксид	остальное

2. Композиция для нанесения покрытия из золота и его сплавов на металлические детали, включающая галогенид золота или золотохлористоводородную кислоту, хлорид аммония, борную кислоту, нитрит натрия и/или хлорид кобальта, и/или хлорид металла, образующего сплав с золотом, пропиленкарбонат в органическом растворителе диметилсульфоксиде при следующем соотношении ингредиентов, мас. %:

	галогенид золота или	
	золотохлористоводородная кислота, в расчете на металл	0,1-0,5
	хлорид аммония	0,2-1,0
5	борная кислота	0,1-1,5
	нитрит натрия	0,1-0,5
	и/или хлорид кобальта	0,1-1,0
	и/или хлорид металла, образующего сплав с золотом	0,1-2,0
	пропиленкарбонат	5-22
10	диметилсульфоксид	остальное

3. Способ нанесения покрытия из золота и его сплавов на металлические детали, включающий обезжиривание, химическое травление, активирование, промывку и обработку подготовленных деталей композицией для нанесения покрытия, отличающийся тем, что активирование металлических деталей осуществляют
 15 обработкой в растворе, в качестве которого используют композицию для активирования металлических деталей по п.1, при температуре 70-90°С в течение 30-90 с, а нанесение покрытия осуществляют обработкой подготовленных деталей композицией для нанесения покрытия из золота и его сплавов на металлические
 20 детали по п.2, при этом металлические детали в процессе активирования и нанесения покрытия встряхивают с частотой 60-90 колебаний в минуту.