

25.02.2015

DURNI-COAT[®] 525-12-50

Aussenstromlos abscheidendes NiP-Verfahren, speziell für die Leiterplattentechnologie

DNC 525-12-50 ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von glänzenden Nickel-Phosphor-Legierungen, insbesondere für die Beschichtung in der Leiterplattentechnik. Das Verfahren scheidet Schichten mit einem Phosphorgehalt von 7 – 10 % (je nach pH-Wert im Einsatzfall) ab und ist damit geeignet für die anschliessende chemische Plattierung mit Edelmetallen wie Gold oder Palladium.

Durch die besondere Zusammensetzung werden bereits bei einer Arbeitstemperatur von 80 °C Abscheideraten von 15 µm/h erreicht.

Mechanische Schichteigenschaften

Härte: im Abscheidezustand 530 HV 0,02 ± 50
Durch eine Wärmebehandlung (1 h, 400 °C) kann
die Härte auf 1000 HV 0,02 ± 50 gesteigert werden

Die Überzüge besitzen eine mittlere Duktilität, eine sehr gute Korrosions- und Verschleissbeständigkeit. Alle hier aufgeführten technischen Werte gelten unter den dort genannten Testbedingungen. Wir weisen deshalb ausdrücklich darauf hin, dass auf Grund der unterschiedlichen Einsatzbedingungen nur ein Praxistest beim Anwender Aufschluss über die Leistungsfähigkeit der Schicht bzw. des Schichtsystems geben kann.

DNC 525-12-50 eignet sich für die Beschichtung metallischen Werkstoffe. Nach dem **DNC 525-12-50** - Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheidungs-geschwindigkeit liegt bei einem neu angesetzten Bad bei 13 – 17 µm/h.

DNC 525-12-50 wird in 3 flüssigen Konzentraten geliefert:

DNC 525-12-50 Badansatzlösung

DNC 525-12-50 Regenerierlösung 1

DNC 525-12-50 Regenerierlösung 2

Zum Neuansatz wird benötigt: **DNC 525-12-50 Badansatzlösung**

DNC 525-12-50 Regenerierlösung 1

für den Badbetrieb: **DNC 525-12-50 Regenerierlösung 1 & 2**
und verdünnte Ammoniaklösung

Badbehälter und Ausrüstung

DNC 525-12-50 kann in bestehenden Anlagen zur chemischen Vernickelung eingesetzt werden, wobei wärmebeständige Kunststoffe (95 °C) oder anodisch geschützte Edelstahlwannen als Behältermaterial eingesetzt werden müssen.

Die Beheizung soll mit PTFE-bzw. Edelstahldampfschlangen oder elektrischen Tauchbadwärmern (Mantel: Edelstahl anodisch geschützt, Glas oder PTFE) erfolgen.

Eine Absaugvorrichtung ist zur Entfernung von Sprühnebeln oder Dämpfen notwendig. Während Betriebsstillstandzeiten sollte das Bad mit einem Deckel verschlossen werden, um bei oder nahe der Arbeitstemperatur Verdunstungsverluste zu vermeiden und das Einschleppen von Schmutzpartikeln aus der Umgebung zu verhindern.

Filtration und Badbewegung

Eine kontinuierliche Filtration der **DNC 525-12-50** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNC 525-12-50** - Elektrolyt in Berührung kommen, sollten aus wärme- und chemikalienbeständigem Material gefertigt sein. Die Filteranlage sollte aus einer Tauchkreiselpumpe mit nachgeschalteten Filtergehäusen bestehen, wobei die Tauchkreiselpumpe zur Badbewegung eingesetzt wird. Um bei kontinuierlicher Arbeitsweise eine optimale Durchmischung des Elektrolyten und der zufließenden Regenerierlösungen zu gewährleisten, ist mindestens eine Badumwälzung vom 10 – 14 fachen Badvolumen/h empfohlen. Als Filter sind 3 µm Filter (Kerzen oder Beutel) aus Polypropylen bei kontinuierlicher Arbeitsweise, 1 µm bei diskontinuierlicher Arbeitsweise zu verwenden.

Arbeitsbedingungen

Badansatz:

deionisiertes Wasser 70 Vol.-% (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm)

DNC 525-12-50 20 Vol.-% (enthält 200 g/L Natriumhypophosphit)
Badansatzlösung

DNC 525-12-50 4,2 Vol.-% (enthält 120 g/L Nickel)
Regenerierlösung 1

Der pH-Wert wird nach dem Badansatz bei Raumtemperatur mittels konz. Ammoniaklösung chem. rein eingestellt.

Regenerierung:	DNC 525-12-50 Regenerierlösung 1	120 g/L Nickel
	DNC 525-12-50 Regenerierlösung 2	604 g/L Natriumhypophosphit 210 mg/L Stabilisator
	Ammoniak 15 % oder	600 mL/L Ammoniak 25 %
Stabilisator:	Blei(II)-acetat Trihydrat	$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3 H_2O$
Dosierverhältnis:	1 : 1 : 0,50	Reg. 1 : Reg. 2 : Ammoniak 15 %
Arbeitstemperatur:	80 – 86 °C	
pH-Wert:	4,8 ± 0,1 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch)	

Nickelgehalt:	5,0 ± 0,5 g/L
Reduktionsmittel:	40 ± 4 g/L
Stabilisatorgehalt:	1,5 mg/L $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O} \cong 0,8 \text{ mg/L Pb}$
	Achtung: Der Stabilisatorgehalt sollte bis zu einem Durchsatz von 5 MTO auf ca. 2,5 mg/l $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ ansteigen
Literbelastung:	0,2 – 1,5 dm ² /L
Abscheidegeschwindigkeit:	13 – 17 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)
Bewegung:	Teilebewegung nützlich, jedoch nicht unbedingt erforderlich

Badansatz

Vor Neuansatz bzw. Erstanatz eines **DNC 525-12-50** - Elektrolyten sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 525-12-50** – Elektrolytlösung in Berührung kommen, mit konzentrierter Salpetersäure zu behandeln. Nach gründlicher Spülung vorgenannter Aggregate mit Wasser und deionisiertem Wasser ist die am Filter austretende Wasserqualität zu überprüfen. Sie sollte eine elektrische Leitfähigkeit von 5 µS/cm nicht übersteigen.

Das zum Badansatz benötigte Volumen an deionisiertem Wasser (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm) wird vorgelegt. Nach Einschalten des Filterkreislaufes gibt man die **DNC 525-12-50** - Badansatzchemikalien hinzu. Vor Aufheizen werden durch eine Analyse die Badwerte (Nickel, Natriumhypophosphit und pH-Wert) überprüft.

Fehlmengen werden nur mittels Badansatzchemikalien ergänzt.

Nach Aufheizen auf Arbeitstemperatur wird der pH-Wert nochmals kontrolliert.

Arbeitshinweise

Die stromlos zu vernickelnden Teile werden nach sorgfältiger Vorbehandlung einfach in die **DNC 525-12-50** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist. Wird im **DNC 525-12-50** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 525-12-50** abzukühlen (t < 40 °C), um eine maximale Lebensdauer und Stabilität der Lösung zu erreichen.

Basismaterialien

DNC 525-12-50 kann verwendet werden für alle Eisenlegierungen (Stähle, rostfreie Stähle etc.), Nickel-Eisen-Legierungen, Kupferlegierungen, Nickel-Kupfer-Legierungen, und Beryllium. Das Verfahren eignet sich vorzüglich für die Beschichtung von Aluminium-Legierungen, da eine hohe Zinkverträglichkeit (< 300 mg/L Zn) gegeben ist.

RIAG-Oberflächentechnik stellt gerne die für den Anwendungsfall notwendige Vorbehandlungsvorschrift zur Verfügung.

Arbeitstemperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt zwischen 80 und 86 °C, Optimum für Start: 82 °C. Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNC 525-12-50**-Lösung während des Aufheizens und Abkühlens ist notwendig, um lokale Überhitzungen zu vermeiden.

Badinstandhaltung

Zur Erzielung einer optimalen Abscheidungsgeschwindigkeit ist es notwendig, die unter "Arbeitsbedingungen" vorgesehenen Badparameter einzuhalten. Unter normalen Arbeitsbedingungen können mit 1 Liter **DNC 525-12-50 Regenerierlösung 1** ca. 65 dm² à 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 525-12-50 Regenerierlösung 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 525-12-50 Regenerierlösung 2** und ca.0,50 Volumenteile Ammoniaklösung 15 % zu ergänzen.

Es sollte darauf geachtet werden, dass die Lösung nicht mehr als 10 % vom Sollmetallgehalt (s. "Arbeitsbedingungen") abweicht. Ergänzungen sollten häufiger und in kleinen Mengen langsam zugesetzt werden oder bei grösseren Badvolumina über eine automatische pH-Wert- oder eine Nickelsteuerung vorgenommen werden.

Wir empfehlen täglich (morgens und abends) Analysen des Nickel- und Hypophosphitgehaltes durchzuführen. Ein Metallturnover (MTO) wird erzielt, wenn 5,0 g/L Nickel aus der Lösung abgeschieden wurden; dies entspricht einem Verbrauch von 42 mL/L **DNC 525-12-50 Regenerierlösung 1**.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,7 – 4,9. Ein neuangesetztes Bad wird mit einem pH-Wert von 4,8 angefahren. Die Überwachung der Badlösung erfolgt elektrometrisch (gemessen bei 20 °C). Es ist sinnvoll zur Abscheidung von Schichten mit einem P-Gehalt von 7 – 9 % den pH- Wert in engen Grenzen zu halten. Hierzu sollte eine automatische Mess- und Dosiertechnik eingesetzt werden.

pH-Wert-Korrektur

Zur pH-Senkung verwendet man Schwefelsäure ca. 10 % (60 mL/L konzentrierte Schwefelsäure p.a.), zur pH-Erhöhung Ammoniak ca. 15% (600 mL/L konzentrierten Ammoniak).

Alle Zugaben müssen langsam und unter gutem Rühren erfolgen. Bei Verwendung von Ammoniak und Schwefelsäure sind die Unfallverhütungsvorschriften für Lauge und Säure zu beachten.

Abwasserbehandlung

DNC 525-12-50 und seine Spülwässer müssen vor dem Ablassen in die Kanalisation entgiftet und neutralisiert werden. Abwasserbehandlungsmethoden werden bei Bedarf von RIAG Oberflächentechnik mitgeteilt.

Gefahren- und Sicherheitshinweise

Diese sind den Sicherheitsdatenblättern für die **DNC 525-12-50 Badansatzlösung** und der **DNC 525-12-50 Regenerierlösungen 1 und 2** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **DNC 525-12-50 Badansatzlösung**, sowie die **DNC 525-12-50 Regenerierlösungen 1 und 2**, die Ammoniaklösung sollten bei Temperaturen von wenigstens 10 °C gelagert werden.

Sollte durch zu tiefes Abkühlen einmal etwas auskristallisieren, so müssen die Lösungen auf > 20 °C erwärmt werden, wobei Rühren sinnvoll ist.

Die **DNC 525-12-50 Badansatzlösung**, die **DNC 525-12-50 Regenerierlösungen 1 und 2** sowie die Ammoniaklösung sollten nicht mit Haut und Augen in Berührung kommen. Im Schadensfall mit viel kaltem Wasser spülen und bei Augenverletzungen einen Arzt aufsuchen bzw. hinzuziehen.

Haftung

Die vorliegende Betriebsanleitung wurde unter Berücksichtigung des Stands der Technik sowie der geltenden Normen erstellt und beruht auf langjährigen Erkenntnissen und Erfahrungen von RIAG. Das Einhalten dieser Betriebsanleitung und der beschriebenen Methoden beim Kunden/Anwender können von RIAG nicht überwacht werden. Das Arbeiten mit Produkten von RIAG muss den örtlichen Verhältnissen entsprechend angepasst werden. Insbesondere bei Nichtbeachtung der vorliegenden Betriebsanleitung, unsachgemässer Anwendung der Methoden, eigenmächtigen technischen Veränderungen, fehlender oder mangelhafter Wartung der technischen und notwendigen Geräte/Apparaturen und beim Einsatz von nichtqualifiziertem Personal übernimmt RIAG keine Haftung für Schäden, Verluste oder Kosten. Für durch RIAG oder ihre Erfüllungsgehilfen entstandene Schäden haftet RIAG nur bei Vorsatz oder grober Fahrlässigkeit.

RIAG behält sich zudem das Recht vor, ohne vorherige Mitteilung Änderungen bezüglich der Produkte, Methoden und Betriebsanleitung vorzunehmen.

Wir liefern und leisten zu den im Internet unter www.riag.ch einsehbaren Allgemeinen Lieferbedingungen der Vereinigung Lieferfirmen für Oberflächentechnik VLO (Link „AGB“, Dokument „RIAG Oberflächentechnik AG (Wängi, Schweiz) 53 KB“ Version 1/2014), die wir Ihnen auf Anforderung auch gerne zusenden.

Auf dieses Geschäft findet das materielle Schweizer Recht (Obligationenrecht) unter Ausschluss des Kollisionsrechts und völkerrechtlicher Verträge, insbesondere des Wiener Kaufrechts, Anwendung.

RIAG Oberflächentechnik AG
Murgstrasse 19a
CH- 9545 Wängi
Tel. + 41 (0) 52 / 369 70 70
Fax + 41 (0) 52 / 369 70 79
www.riag.ch
info@riag.ch

Analysenvorschrift

Nickel

- Sollwert: 5,0 g/L Ni
- benötigte Reagenzien: Na₂EDTA 0,1 mol/L
Ammoniaklösung konzentriert
Murexidverreibung (1 g Murexid und 99 g Natriumchlorid)
Deionisiertes Wasser
- benötigte Geräte: Erlenmeyerkolben, 300 mL
Pipette, 5 mL
Mikrobürette, 10 mL
- Durchführung: 5 mL Elektrolyt (20 °C) werden in einen 300 mL Erlenmeyerkolben abpipettiert. Nach Zugabe von 10 mL Ammoniaklösung und einer Spatelspitze Murexidverreibung wird mit deionisiertem Wasser auf ca. 150 mL verdünnt. Nun wird mit Na₂EDTA bis zum scharf erfolgenden Farbwechsel von gelb nach violett titriert.
- Berechnung: Nickel (g/L) = 1,174 x verbrauchte mLNa₂EDTA 0,1 mol/L

Die beschriebene Analyse soll mind. 2 x täglich erfolgen. Sie dient ebenfalls zur Kontrolle des Durchflussphotometers. Ferner sollte jeder neu angesetzte Elektrolyt so kontrolliert werden.

Natriumhypophosphit

- Sollwert: 40 g/L Natriumhypophosphit Monohydrat
- benötigte Reagenzien: Stärkelösung 1 %
Salzsäure ca. 6 mol/L HCl (600 mL/L HCl 32 %)
0,05 mol/L Kaliumiodid-iodatlösung KIO₃/KI
0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung Na₂S₂O₃
- benötigte Geräte: Pipette, 2 mL
2 Büretten, 50 mL -1/20 Teilung
1 Kippautomat, 20 mL
Erlenmeyerkolben mit eingeschliffenem Glasstopfen (Iodzahlkolben)
- Durchführung: 2 mL Elektrolyt (20 °C) in Erlenmeyerkolben pipettieren,
25 mL Kaliumiodid-iodatlösung zugeben und mit
20 mL Salzsäure ansäuern.
Erlenmeyerkolben mit dem Schliffstopfen verschliessen und die Probe
30 Minuten unter Lichtausschluss reagieren lassen.
Anschliessend mit Natriumthiosulfatlösung titrieren bis zur leichten
Gelbfärbung der Lösung. Um den Umschlagspunkt genau zu
markieren, gibt man 2 Tropfen Stärkelösung 1 % zu. Dann wird bis
zum Umschlag von blauviolett nach farblos weiter titriert.
- Berechnung: Na-hypophosphit (g/L) = (mL 0,05 mol/L KIO₃/KI – mL 0,1 mol/L Na₂S₂O₃) x 2,65