riag Oberflächentechnik AG · Postfach 169 · CH-9545 Wängi TG

31.10.2017

DURNI-COAT® DNC 700-B

Aussenstromlos abscheidender bleifreier Nickelelektrolyt
für erhöhte Verschleissbeanspruchungen

DNC 700-B ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von halb-glänzenden Nickel-Phosphor-Legierungen, insbesondere für funktionelle und bewährte Anwendungen im Bereich Elektronik und Schaltelektronik. Das Verfahren scheidet gut lötbare, niederphosphorhaltige Schichten mit einem Phosphor-Legierungsanteil von 3 – 6 % (inkl. Legierungselemente) ab. Die Schichten sind vollkommen blei- und cadmiumfrei und zeichnen sich durch eine hohe Härte im Abscheidungszustand und durch hoher Verschleissbeständigkeit aus.

Mechanische Schichteigenschaften

Härte:	im Abscheidungszustand 700 (± 50) $HV_{0.05}$
Dehnung:	< 0,1 % gemessen an Folien mit der Kalottenmethode
Verschleissbeständigkeit:	Taber Abraser CS 10: < 10 mg/1000 Umdrehungen
Eigenspannung: (internal stress analyser)	Bis + 250 N/mm^2 (Zugspannung)

Korrosionsbeständigkeit

Mit dem **DNC 700-B** abgeschiedene Schichten liefern folgende Korrosionsprüfwerte (< 4 % korrodierte Fläche) bei einer Schichtdicke von 40 µm:

- nach DIN EN ISO 6988 (Kesternich-Test SFW 0,2) < 3 Zyklen
- nach DIN EN ISO 9227 - AASS (Essigsaurer Salzsprühtest): < 24 Stunden
- nach DIN EN ISO 9227 - NSS (Neutraler Salzsprühtest): < 200 Stunden

Physikalische Schichteigenschaften

Dichte (bei 3 bis 6 % P):	8,5 ± 0,2 kg/dm³
Schmelzpunkt:	ca. 1500 K
Wärmeleitvermögen:	0,04 W/(cm x °C)
Linearer Wärmeausdehnungs-koeffizient:	12 – 13 x 10^{-6} 1/°C
Phosphorgehalt (inkl. Legierungselemente): (ICP-OES)	3 bis 6 %
Magnetisches Verhalten:	schwach magnetisch

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 700-B eignet sich für die Beschichtung von vielen metallischen Werkstoffen. Mit dem **DNC 700-B** Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheide-geschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 16 – 20 µm/h.

DNC 700-B wird in 4 flüssigen Konzentraten geliefert:

	DNC 700-B Make up A
	DNC 700-B Make up B
	DNC 700-B Replenisher 1
	DNC 700-B Replenisher 2
zum Neuansatz wird benötigt:	**DNC 700-B Make up A**
	DNC 700-B Make up B
für den Betrieb:	**DNC 700-B Replenisher 1 & 2**
	und Ammoniaklösung 15 %

Behälter und Ausrüstung

DNC 700-B 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 der Elektrolyt 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 Bewegung

Eine kontinuierliche Filtration der **DNC 700-B** Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNC 700-B** 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

Make up:

deionisiertes Wasser	88 Vol.-% (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm)
DNC 700-B Make up A	5 Vol.-%
DNC 700-B Make up B	4,2 Vol.-%

Regenerierung:	**DNC 700-B Replenisher 1**	120 g/L Nickel
	DNC 700-B Replenisher 2	530 g/L Natriumhypophosphit
	15 % Ammoniak	600 mL/L 25 % Ammoniak

Dosierverhältnis:	1 : 1 **Reg. 1** : **Reg. 2**
Arbeitstemperatur:	86 – 92 °C
pH-Wert:	7,0 ± 0,2 (gemessen bei Arbeitstemperatur, elektrometrisch)
Nickelgehalt:	5,0 ± 0,5 g/L
Reduktionsmittel:	10,0 ± 1 g/L
Literbelastung:	0,5 – 1,0 dm²/L
Abscheidegeschwindigkeit:	16 – 20 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)
Bewegung:	Teilebewegung nützlich

Make up

Vor Neuansatz bzw. Erstansatz eines **DNC 700-B** - Elektrolyten sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 700-B** - 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 10 µS/cm nicht übersteigen.

Das zum Make up benötigte Volumen an deionisiertem Wasser (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm) wird vorgelegt. Nach Einschalten des Filterkreislaufes gibt man die **DNC 700-B** Make up Chemikalien hinzu. Nach Aufheizen auf Arbeitstemperatur wird der pH-Wert kontrolliert.

Arbeitstemperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt zwischen 86 und 92 °C, Optimum für Start: 87 °C. Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNC 700-B**-Lösung während des Aufheizens und Abkühlens ist notwendig, um lokale Überhitzungen zu vermeiden.

Arbeitshinweise

Die stromlos zu vernickelnden Teile werden nach sorgfältiger Vorbehandlung einfach in die **DNC 700-B** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

Wird im **DNC 700-B** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 700-B** abzukühlen (t < 40 °C), um eine maximale Lebensdauer (bis 8 metal-turnover) und Stabilität der Lösung zu erreichen.

Basismaterialien

DNC 700-B kann verwendet werden für alle Eisenlegierungen (Stähle, rostfreie Stähle etc.), Nickel-Eisen-Legierungen, Kupferlegierungen, Nickel-Kupfer-Legierungen, Aluminium und seine Legierungen. riag Oberflächentechnik stellt gerne die für den Anwendungsfall notwendige Vorbehandlungsvorschrift zur Verfügung.

Instandhaltung des Elektrolyten

Zur Erzielung einer optimalen Abscheidungsgeschwindigkeit ist es notwendig, die unter "Arbeitsbedingungen" vorgesehenen Parameter einzuhalten. Unter normalen Arbeitsbedingungen können mit 1 Liter **DNC 700-B Replenisher 1** ca. 62 dm² à 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 700-B Replenisher 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 700-B Replenisher 2** und 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 Volumina 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 700-B Replenisher 1.**

Bei Verlusten infolge Umpumpens, Undichtigkeiten oder Fehlmanipulationen muss die verlorene Menge an Elektrolyt eruiert und durch die entsprechenden Mengen (siehe auch Make up) an **DNC 700-B Make up A** und **B** ergänzt werden.

Stabilisatorgehalt

Bei verschiedenen Arbeitsweisen mit dem Elektrolyten, sei es aufgrund der Teile (z.B. Gestell oder Trommel), anlagenbedingt (grosse oder kleine Flächen) oder Kundenwunsch (geringe oder hohe Schichtstärke) kann es notwendig sein, den Stabilisatorgehalt zu erhöhen oder zu erniedrigen. Der Stabilisatorgehalt wird auf der Produktetikette mit der Produkt-Bezeichnung (in Klammer in % der häufigsten Verwendung) angezeigt.

DNC XXX Replenisher 2 (70)

Beispiel: Konzentration Stabilisator: 70 % der Normalvariante. Sollte ein Wechsel notwendig sein, so beraten wir gerne.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 7,0 ± 0,2 gemessen bei Arbeitstemperatur. Die Überwachung erfolgt elektrometrisch.

pH-Wert-Korrektur

Zur pH-Senkung verwendet man Essigsäure ca. 99 %, 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 Essigsäure sind die Unfallverhütungsvorschriften für Lauge und Säure zu beachten.

Abwasserbehandlung

DNC 700-B 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 700-B Make up A** und **B** und **DNC 700-B Regenerierlösungen 1** und **2** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak und Essigsäure relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **DNC 700-B Make up A** und **B** sowie die **DNC 700-B Replenisher 1** und **2** und die Ammoniaklösung sollten bei Temperaturen von 10 – 25 °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 700-B Make up A** und **B**, die **DNC 700-B Replenisher 1** und **2** Essigsäure und 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 „Allgemeine Lieferbedingungen“, Version 5/2018), 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
T +41 (0)52 369 70 70
F +41 (0)52 369 70 79
riag.ch
info@riag.ch

Analysenvorschrift

Nickel

Sollwert:	5,0 g/L Ni
benötigte Reagenzien:	Na_2EDTA 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 Na_2EDTA bis zum scharf erfolgenden Farbwechsel von gelb nach violett titriert.
Berechnung:	Nickel (g/L) = 1,174 x verbrauchte mL Na_2EDTA 0,1 mol/L

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

Natriumhypophosphit

Sollwert:	10 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 KIO_3/KI 0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung $Na_2S_2O_3$
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	Natriumhypophosphit Monohydrat (g/L) = (mL 0,05 mol/L KIO_3/KI – mL 0,1 mol/L $Na_2S_2O_3$) x 2,65