

DURNI-COAT[®] DNC 571-50

**Blei- und cadmiumfreies, aussenstromlos abscheidendes NiP-Verfahren
für Verschleiss- und Korrosionsbeanspruchungen**

DNC 571-50 ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von glänzenden Nickel-Phosphor-Legierungen, insbesondere für funktionelle Anwendungen im Bereich der Leiterplattentechnik. Das Verfahren scheidet mittelposphorhaltige Schichten mit einem Phosphorgehalt von 7 – 9 % ab und zeichnet sich durch hohe Arbeitstoleranzen aus. Die daraus erhaltenen Schichten sind vollkommen blei- und cadmiumfrei.

Mechanische Schichteigenschaften

Härte:	im Abscheidezustand 570 HV 0,05 ± 50
Elastizitätsmodul:	170 to 200 kN/mm ²
Eigenspannung: (internal stress analyser)	geringe Druck- bis geringe Zugspannungen

Korrosionsbeständigkeit

Die Korrosionsbeständigkeit der Schichten, erfüllt die Stufe 2 der DIN 50 966 der mässigen Korrosionsbeanspruchung:

- nach DIN 50021 neutraler Salzsprühtest: > 500 Stunden (< 0,3 % korrodierte Fläche)

Sicherheitshinweise

Bitte beachten Sie das Sicherheitsdatenblatt und die allgemeinen Anweisungen für den Umgang mit Chemikalien. Chemikalien dürfen nicht unter 10 °C gelagert werden.

Physikalische Schichteigenschaften

Dichte (bei 7 bis 9 % P):	8,2 bis 8,4 kg/dm ³
Schmelzpunkt:	1140 bis 1170 K
Spezifischer el. Widerstand: (4-Spitzenmesstechnik)	ca. 49 μΩcm
Wärmeleitvermögen:	0,04 W/(cm x °C)
Linearer Wärmeausdehnungs- koeffizient:	12 to 13 x 10 ⁻⁶ 1/°C
Phosphorgehalt: (chem. Bestimmung mit AAS)	7 bis 9 %

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 571-50 eignet sich für die Beschichtung aller metallischen Werkstoffe. Die Abscheidungs-geschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 18 – 25 μm/h.

DNC 571-50 wird in 4 flüssigen Konzentraten geliefert:

DNC 571-50 Badansatzlösung A

DNC 571-50 Badansatzlösung B

DNC 571-50 Regenerierlösung 1

DNC 571-50 Regenerierlösung 2

Zum Neuansatz wird benötigt: **DNC 571-50 Badansatzlösung A**

DNC 571-50 Badansatzlösung B

Stabilisator 10 (optional)

für den Badbetrieb: **DNC 571-50 Regenerierlösung 1 & 2**

und verdünnte Ammoniaklösung

Zur pH-Stabilisierung kann dem Elektrolyten beim Badansatz zusätzlich **Stabilisator 10** zugegeben werden.

Badbehälter und Ausrüstung

DNC 571-50 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 571-50** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNC 571-50** - Elektrolyt in Berührung kommen, sollten aus wärme und chemikalienbeständigem Material gefertigt sein. Die Filteranlage sollte aus einer Tauchkreislumppe mit nachgeschalteten Filtergehäusen bestehen, wobei die Tauchkreislumppe 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	50 Vol.-% (Leitwert < 5 µS/cm)
DNC 571-50 Badansatzlösung A	20 Vol.-%
DNC 571-50 Badansatzlösung B	20 Vol.-%
Stabilisator 10	10 Vol.-% Damit wird der pH-Wert auf Sollwert bei 20 °C eingestellt.

Regenerierung:	DNC 571-50 Regenerierlösung 1	120 g/L Nickel
	DNC 571-50 Regenerierlösung 2	604 g/L Natriumhypophosphit
	Ammoniak 15 %	600 mL/L Ammoniak 25 %
Dosierverhältnis:	1 : 1 : 0,44	Reg. 1 : Reg. 2 : Ammoniak
Arbeitstemperatur:	88 – 94 °C	
pH-Wert:	4,7 – 5,1 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch) beim Neuansatz 5,0 ± 0,1	
Nickelgehalt:	5,0 ± 1,0 g/L	
Reduktionsmittel:	40 ± 6 g/L	

Um eine Überstabilisierung zu vermeiden, wird wie folgt regeneriert: Bei Abweichungen von mehr als 2,0 g/L des Natriumhypophosphitgehaltes (z.B. 37 g/L) sollte die fehlende Menge **DNC 571-50 Regenerierlösung 2** schrittweise zugegeben werden, dies bedeutet: den Hypophosphitgehalt nicht mehr als um 2 g/L auf einmal anheben! Zwischen den Zugaben sollte eine Zeit von mindestens 30 Minuten verstreichen.

Alternativ kann die fehlende Menge an Natriumhypophosphit bis auf 38 g/L mit **DNC 571-50 Regenerierlösung 2 stabifrei** ergänzt werden, bevor mit der üblichen **DNC 571-50 Regenerierlösung 2** auf 40 g/L erhöht wird.

Nach längeren Stillstandszeiten (ab ca. zwei Tagen) sind dem Elektrolyten 0,5 – 1 mL/L **DNC 571-50 Regenerierlösung 2** direkt vor der Wiederinbetriebnahme zuzufügen.

Literbelastung:	0,2 – 1,0 dm ² /L
Abscheidegeschwindigkeit:	18 – 25 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)
Bewegung:	Teilebewegung nützlich

Badansatz

Vor Neuansatz bzw. Erstanatz eines **DNC 571-50** - Bades sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 571-50** - 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 einen Leitwert von 10 µS/cm nicht übersteigen.

Das zum Badansatz benötigte Volumen an deionisiertem Wasser (Leitwert < 5 µS/cm) wird vorgelegt. Nach Einschalten des Filterkreislaufes gibt man die **DNC 571-50** – Badansatzchemikalien hinzu. Nach Aufheizen auf Arbeitstemperatur wird der pH-Wert nochmals kontrolliert.

Arbeitshinweise

Die stromlos zu vernickelnden Teile werden nach sorgfältiger Vorbehandlung einfach in die **DNC 571-50** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

Wird im **DNC 571-50** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 571-50** abzukühlen (t < 40 °C), um eine maximale Lebensdauer und Stabilität der Lösung zu erreichen.

Arbeitstemperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt zwischen 88 und 94 °C, Optimum für Start: 88 °C. Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNC 571-50**-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 571-50 Regenerierlösung 1** ca. 65 – 67 dm² à 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 571-50 Regenerierlösung 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 571-50 Regenerierlösung 2** und 0,44 Volumenteile Ammoniaklösung 15 % zu ergänzen.

Es sollte darauf geachtet werden, dass die Lösung nicht mehr als 20 % 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 571-50 Regenerierlösung 1**.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,7 – 5,1. Ein neuangesetztes Bad wird mit einem pH-Wert von 5,0 ± 0,1 angefahren. Die Überwachung der Badlösung erfolgt elektrometrisch (gemessen bei 20 °C).

pH-Wert-Korrektur

Zur pH-Senkung verwendet man Schwefelsäure ca. 10 % (60 mL/L Schwefelsäure 96 %, p.a.), zur pH-Erhöhung Ammoniak ca. 15% (600 mL/L Ammoniak 25 %).

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 571-50 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 571-50 Badansatzlösungen A und B**, **DNC 571-50 Regenerierlösungen 1 und 2** und des **Stabilisator 10** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak und Schwefelsäure relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **DNC 571-50 Badansatzlösungen A und B**, die **DNC 571-50 Regenerierlösungen 1 und 2**, der **Stabilisator 10** 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 571-50 Badansatzlösungen A und B**, die **DNC 571-50 Regenerierlösungen 1 und 2**, der **Stabilisator 10** und 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.

Gewährleistung

Diese Betriebsanleitung beruht auf Labor- und Erfahrungswerten aus der Praxis. Auf eine vorschriftsmässige Anwendung unserer Produkte haben wir jedoch keinen Einfluss. Mit den in dieser Betriebsanleitung aufgeführten technischen Angaben und Daten können wir lediglich beraten, aber keine Haftung übernehmen, da das Arbeiten mit unseren Produkten den örtlichen Verhältnissen angepasst werden muss. Durch technischen Fortschritt bedingte Änderungen behalten wir uns vor.

Es gelten unsere Verkaufs- und Lieferbedingungen.

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

Analysenvorschrift

Nickel

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

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: 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 KIO_3/KI (oder Jodlösung)
0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- benötigte Geräte: Pipette, 2 mL
2 Büretten, 50 mL -1/20 Teilung
1 Kippautomat, 20 mL
Erlenmeyerkolben mit eingeschliffenem Glasstopfen (Iodzählkolben)
- 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 KIO_3/KI – mL 0,1 mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) x 2,65