

SurTec® 861

Cyanidisches Kupferverfahren

Eigenschaften

- zur Abscheidung von matten bis glänzenden Kupferschichten, je nach Elektrolytzusammensetzung
- gute Streufähigkeit
- für Trommel- und Gestellverfahren geeignet
- einfache Prozessführung

Anwendung

SurTec 861 Cyanidisches Kupferverfahren wird als erste Schicht in Kupfer/Nickel/Chrom-Systemen oder auch als einzige Schicht für Spezialanwendungen aufgebracht.

Das Verfahren SurTec 861 beinhaltet folgende Produkte:

- SurTec 861 I Netzmittel enthält Netzmittel und Glanzträger
- SurTec 861 II Glanzzusatz ermöglicht auch bei hohen Schichtdicken eine glänzende Abscheidung

Ansatzwerte:

Kupfercyanid	70 g/l	
Kaliumcyanid	135 g/l	
Kaliumhydroxid	11 g/l	
K/Na-Tartrat	10 g/l	(10-25 g/l)
SurTec 861 I Netzmittel	4 ml/l	(4-15 ml/l)
SurTec 861 II Glanzzusatz	0,5 ml/l	(0,3-1,5 ml/l)

Analysensollwerte:

Kupfer	50 g/l	(50-60 g/l)
freies Kaliumcyanid	35 g/l	(25-45 g/l)
entspricht freies Cyanid	14 g/l	
Kaliumcarbonat	10 - max. 200 g/l	

Ansatz: Arbeitsschritte beim Ansatz:

Neuansätze stets in einem beschichteten separaten Stahltank durchführen (aufgrund der starken Wärmeentwicklung keine PVC-Behälter für den Ansatz verwenden!):

1. 2/3 der Wassermenge vorlegen.
2. Kaliumhydroxid und -cyanid vorsichtig darin lösen.
3. Das Kupfercyanid mit wenig Wasser als Brei vormischen und in die Lösung langsam und vorsichtig einrühren (Achtung: Wärmeentwicklung!).
4. K/Na-Tartrat zugeben und auflösen.
5. Das restliche Wasser zugeben und Bad aufheizen.
6. Bei Arbeitstemperatur mit 0,5 A/dm² für 4–6 h einarbeiten.
7. Danach die Additive zugeben.

Temperatur:	60 °C	(50-65 °C)
pH-Wert:	Eisen/Stahl	12 (11,0-12,8)
	Zinkdruckguss	11 (10,5-11,5)
	Aluminium, Magnesium	10 (9,5-10,5)
	pH-Wert einstellen mit Weinsäure bzw. KOH	
kath. Stromdichte:	0,3-1 A/dm ²	<i>Trommel</i>
	0,5-4 A/dm ²	<i>Gestell</i>
Badspannung:	1-3 V	
Stromausbeute:	75 %	(65-90 %)
Abscheidungsrate:	0,35 µm/min bei 1 A/dm ²	
Verhältnis		
Anode/Kathode:	2:1	
Anoden:	Elektrolytkupfer als Platten (99,95-99,99 %); Anodensäcke aus beständigem Material (z. B. Nylon), oder Diaphragmen Für eine gewünschte Glanzverkupferung sind OFHC-Anoden empfehlenswert. Bei zu kleiner Anodenfläche kann es leicht zur Ausbildung einer schwarz-braunen Oxidschicht kommen, die zum Ansteigen der Badspannung und zur vermehrten Zersetzung von Cyanid zu Carbonat führt.	
Bewegung:	Warenbewegung:	mit 4-12 m/min
	Trommelumdrehung:	mit 2-6 U/min
Badbehälter:	Stahlwannen, mit Hartgummi oder Kunststoff beschichtet (Blei wird angegriffen!)	
Filtration:	um rauher Abscheidung vorzubeugen, ist eine kontinuierliche Filtration mit 1-5 Umwälzungen pro Stunde notwendig	
Heizung:	thermostatgeregelte Heizung aus beständigem Material (z. B. Teflon)	
Absaugung:	aus Arbeitsschutzgründen notwendig	

Instandhaltung und Analyse

Den pH-Wert regelmäßig kontrollieren. Die Konzentrationen an Kupfer, Cyanid, Hydroxid und Carbonat regelmäßig analysieren und korrigieren. Zum Auffüllen der Verdampfungsverluste kann die erste Spüle verwendet werden (mit VE-Wasser ansetzen!).

Ein Mangel an **SurTec 861 I Netzmittel** führt zu matter Abscheidung im niedrigen (lcd) und bei größerem Mangel auch im hohen Stromdichtebereich (hcd). Eine Überdosierung hat einen erhöhten Bedarf an SurTec 861 II zur Folge.

Ein Mangel an **SurTec 861 II Glanzzusatz** zeigt sich am allgemeinen Glanzabfall, matter Abscheidung im lcd und hcd, bis hin zu stumpfen Stellen oder Anbrennungen im hcd. Überdosierung erzeugt unregelmäßigen Glanz und Trübungen/Schleier auf den Teilen.

Der **Kupfergehalt** sollte zwischen 50 und 60 g/l liegen. Sinkt der Kupfergehalt als Folge von starker Verschleppung oder zu geringer Anodenfläche, so zeigt sich das zunächst an geringerer Belastbarkeit. Bei einem weiteren Abfall tritt eine Verschlechterung der Abscheiderate auf. Eine Zugabe an 1 g/l Cu (= 1,43 g/l CuCN) erfordert eine gleichzeitige Erhöhung von KCN um 2,8 g/l.

Ein Mangel an **Cyanid** verschlechtert den Tiefenglanz und bewirkt eine wolkige Abscheidung im lcd, sowie Anbrennungen im hcd. Weiterhin können die Anoden passivieren (Anodenpolarisation), da sich CuCN auf ihnen abscheidet.
Um 1 g/l freies KCN zu binden, werden 0,7 g/l CuCN benötigt.

Für eine optimale Arbeitsweise ist eine Konzentration von 10 g/l **Kaliumcarbonat** erforderlich. Der Elektrolyt reichert sich im Laufe der Zeit mit Carbonat an. Konzentrationen von über 100 g/l können zu einer Verringerung der Belastbarkeit, des Glanzes und der Streuung führen.

Probenahme

An einer gut durchmischten Stelle eine Badprobe entnehmen. Auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Bei vorhandener Badtrübung die Trübung absetzen lassen und die Badprobe dekantieren oder über Faltenfilter filtrieren.

Kupfer – Analyse per Titration

Reagenzien:	Ammoniumpersulfat (-peroxodisulfat) Ammoniak-Lösung (konz.) Wasserstoffperoxid H ₂ O ₂ (30 %) 0,1 mol/l EDTA-Lösung (Titrplex III) Indikator: PAN-Indikator (1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol, 1 g/l in Ethanol)
Durchführung:	<ol style="list-style-type: none">1. 2 ml Badprobe in einen 250 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.2. Mit 25 ml demineralisiertem (VE-) Wasser verdünnen.3. 2 ml H₂O₂ zugeben und 5 min rühren lassen.4. 15 min aufkochen, bis die Lösung dunkelbraun-trüb ist.5. 2-3 g Ammoniumpersulfat zugeben und 10-15 min rühren lassen (Lösung nimmt hellblau klare Farbe an).6. Ca. 5 ml Ammoniak zugeben (die Lösung wird nun tiefblau).7. Mit weiteren 50 ml demineralisiertem Wasser verdünnen.8. 4-6 Tropfen PAN-Indikator zugeben (nicht mehr, der Endpunkt wird sonst schlecht erkennbar!).9. Mit 0,1 M EDTA-Lösung von blau nach grün-grau titrieren.
Berechnung:	Verbrauch in ml · 3,177 = g/l Kupfer (Cu)
Korrektur:	Erhöhung um 1 g/l Cu = Zugabe von 1,4 g Kupfercyanid und eine gleichzeitige Zugabe von 2,8 g/l Kaliumcyanid (KCN) (zur besseren Löslichkeit/Komplexierung des Cu-Cyanides)

Freies Kaliumcyanid – Analyse per Titration

Reagenzien:	0,1 N Silbernitrat-Lösung Kaliumiodid Ammoniak-Lösung (10 %)
Durchführung:	<ol style="list-style-type: none">1. 10 ml Badprobe in einen 250 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.2. Mit 100 ml VE-Wasser verdünnen.3. 3 Tropfen Ammoniak-Lösung zugeben.4. 1-2 g Kaliumiodid zugeben und warten, bis es gelöst ist.5. Mit 0,1 N Silbernitrat-Lösung titrieren bis eine bleibende weiße Trübung auftritt.
Berechnung:	Verbrauch in ml · 1,3 = g/l Kaliumcyanid (KCN)
Korrektur:	Binden von 1 g/l KCN = Zugabe von 0,7 g Kupfercyanid (CuCN)

Hydroxid – Analyse per Titration

- Reagenzien: 1 N Schwefelsäure
Indikator: Epsilonblau (1 g/l in Wasser)
- Durchführung: 1. 10 ml Badprobe in einen 250 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.
2. Mit 50 ml Wasser verdünnen.
3. 4-6 Tropfen Indikator zugeben.
4. Mit Schwefelsäure von blau-violett nach gelb-orange titrieren.
- Berechnung: Verbrauch in ml · 5,6 = g/l Kaliumhydroxid (KOH)

Carbonat – Analyse per Titration

- Reagenzien: Bariumchlorid-Lösung (30 %)
1 N Salzsäure
1 N Natronlauge
Indikator: Methylorange-Lösung (0,04 %)
- Durchführung: 1. 10 ml Badprobe in einen 250 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.
2. Mit 100 ml VE-Wasser verdünnen.
3. Die Lösung erhitzen.
4. In die heiße Lösung 30 ml Bariumchlorid-Lösung geben.
5. Nach Absetzen des Niederschlages (nach 30 min) diesen über einen Blaubandfilter abfiltrieren und mit heißem Wasser waschen.
6. Filter samt Niederschlag vorsichtig zerreißen und in einen sauberen Erlenmeyerkolben geben.
7. 100 ml VE-Wasser zugeben.
8. Mit exakt 25 ml 1 N Salzsäure ansäuern.
9. Mit einigen Tropfen Indikator versetzen.
10. Mit Natronlauge bis zur Farbänderung titrieren.
- Berechnung: (25 - Verbrauch in ml) · 6,91 = g/l Kaliumcarbonat (K₂CO₃)

Technische Spezifikation

(bei 20 °C)	Aussehen	Dichte (g/ml)	pH-Wert (Konz.)
SurTec 861 I	flüssig, farblos, klar	1,000 (0,95-1,05)	7,5 (6,5-8,5)
SurTec 861 II	flüssig, farblos, klar	1,015 (1,01-1,02)	7,1 (6,5-8,0)

Verbrauch und Vorratshaltung

Der Verbrauch hängt sehr stark von der Verschleppung ab. Zur genauen Ermittlung der Verschleppungswerte siehe [SurTec Technischer Brief 11](#).

Folgende Verbrauchswerte pro 10.000 Ah können als Anhaltspunkte dienen:

SurTec 861 I	0,5-0,75 l
SurTec 861 II	1,0-3,0 l

Damit es keine Verzögerungen im Produktionsablauf gibt, sollten folgende Produktmengen pro 1000 l Bad auf Vorrat gehalten werden:

SurTec 861 I Netzmittel	90 kg
SurTec 861 II Glanzzusatz	90 kg

Produktsicherheit und Umweltschutz

Die Sicherheits- und Umweltschutzhinweise müssen im Umgang mit den Produkten befolgt werden, um Menschen und Umwelt nicht zu gefährden. Detaillierte Angaben hierzu enthalten die EU-Sicherheitsdatenblätter.

Folgende Gefahrenbezeichnungen und Einstufungen in Wassergefährdungsklassen (WGK) müssen beachtet werden:

<u>Produkt</u>	<u>Gefahrenbezeichnung</u>	<u>Wassergefährdungsklasse</u>
SurTec 861 I	-	nicht wassergefährdend
SurTec 861 II	Xi - reizend	nicht wassergefährdend

Gewährleistung

Wir haften für unsere Produkte im Rahmen der geltenden gesetzlichen Bestimmungen. Die Gewährleistung greift ausschließlich für den Anlieferungszustand eines Produktes. Gewährleistungs- und Schadensersatzansprüche nach Weiterverarbeitung unserer Produkte bestehen nicht. Einzelheiten entnehmen Sie bitte unseren [Allgemeinen Geschäfts- und Lieferbedingungen \(AGB\)](#).

Ansprechpartner

In unserem Forum können Sie über Themen der Oberflächentechnik diskutieren: <http://forum.surtec.com/> oder besuchen Sie uns auf unserer Homepage: <http://www.SurTec.com>.

Wenn Sie Fragen haben, helfen Ihnen unser Außendienst und unsere Technische Zentrale gerne weiter:

Tel.: 06251/171-744, **Fax:** 06251/171-844, **e-Mail:** TZ@SurTec.com

SurTec Deutschland GmbH

SurTec-Straße 2

64673 Zwingenberg

Amtsgericht Darmstadt - HRB 25505 - Geschäftsführung: Dr. Karl Brunn

16. März 2010/SV, BiB

Fehlertabelle Abscheidung

Problem	mögliche Ursache	Abhilfe
matte Cu-Schicht	a) zu wenig freies Cyanid	analysieren und einstellen
	b) zu hohe kathodische Stromdichte	Stromdichte erniedrigen
	c) zu niedrige Badtemperatur	Bad aufheizen auf 70-80 °C
	d) zu niedriger pH-Wert/ Hydroxidkonzentration	pH mit KOH auf pH 11,5 einstellen
	e) Glanzzusatz verbraucht	Glanzzusatz zugeben
	f) Netzmittel verbraucht	Netzmittel zugeben
	g) zu hoher Carbonatgehalt	analysieren, ausfrieren oder fällen mit Barium
raue bzw. rotbraune Cu-Schicht	a) zu hoher Carbonat-Gehalt	analysieren, ausfrieren oder fällen mit Barium (Cl oder CN)
	b) zu wenig freies Cyanid	Analyse und Einstellung
	c) verunreinigter Elektrolyt (z. B. Anodenschlamm)	Bad filtrieren, Anodensäcke verwenden
keine oder nur dünne Cu-Schicht	a) zu wenig freies Cyanid	Cyanid zugeben
	b) zu niedriger Metallgehalt	CuCN zugeben
	c) Zu hoher Carbonatgehalt	analysieren, ausfrieren oder fällen mit Barium (Cl oder CN)
Elektrolytverfärbung nach blau-grün	zu wenig freies Cyanid	analysieren und einstellen
starke Wasserstoffwicklung während der Beschichtung	a) zu hohe Stromdichte (Kathode und Anode)	Anoden säubern und mehr Anoden einhängen bzw. Kathodenstromdichte verringern
	b) Cu-Gehalt zu gering(Leitfähigkeit)	Badwerte analysieren und ggf. CuCN zugeben
	c) zu viel freies Cyanid	CuCN zugeben
streifige, fleckige Kupferschicht	a) zu niedriger pH-Wert / Hydroxidkonzentration	pH mit KOH auf pH 11,5 einstellen
	b) zu wenig freies Cyanid	Cyanid zugeben
	c) Elektrolyt benetzt schlecht	Netzmittel zugeben
	d) Vorbehandlung ungenügend	Vorbehandlung verbessern
streifige Erhöhung	Abstand zur Anode zu klein	Abstand vergrößern (ggf. Badbewegung)
stumpfe, harte Kupferschicht	a) zu hohe kath. Stromdichte (Kathode)	Kathodenstromdichte verringern
	b) zu wenig freies Cyanid	Cyanid zugeben
harte spröde Kupferschicht	zu hohe Stromdichte (Kathode und Anode)	Anoden säubern und mehr Anoden einhängen bzw. Kathodenstromdichte verringern
porige Kupferschichten	a) zu hoher Carbonat-Gehalt	analysieren, ausfrieren oder fällen mit Barium
	b) Elektrolyt benetzt schlecht	Netzmittel zugeben
	c) pH-Wert zu hoch bei Zn: Grundmaterial wird angegriffen	pH-Wert mit Weinsäure oder KHSO_3 senken

Problem	mögliche Ursache	Abhilfe
Ausblüfung nach Lagerung	a) poröses Grundmaterial	Lange beizen, lange anodisch entfetten, gut dekapieren mit geringen Stromdichten erst anverkupfern in 4-10 g/l Weinsäure vortauchen
	b) Wasserstoffeinlagerung	Beize mit SurTec 424 inhibieren; lange anodisch Entfetten
	c) Vorbehandlung (speziell bei Zn-Druckguss)	Vorbehandlung optimieren
Blasen	a) zu niedriger pH-Wert / Hydroxidkonzentration	pH mit KOH auf pH 11,5 einstellen
	b) zu viel freies Cyanid	analysieren, CuCN zugeben
	c) zu niedrige Badtemperatur	Bad auf 70- 80 °C aufheizen
	d) Vorbehandlung: Grundmaterial passiv	Vorbehandlung verbessern
Haftungsprobleme	Vorbehandlung: Grundmaterial passiv	Vorbehandlung verbessern

Fehlertabelle Anoden

Problem	mögliche Ursache	Abhilfe
weißer Anodenbelag, Zellspannung steigt während der Abscheidung	a) Anoden sind passiv	Belag entfernen, ggf. mehr Anoden einhängen
	b) ungenügende Vorbehandlung (Entfettung)	sorgfältige Entfettung und Beize
	c) zu niedrige Badtemperatur	Elektrolyten aufheizen
grau-grüner bis schwarzer Anodenbelag	a) zu wenig freies Cyanid	analysieren und einstellen
	b) Anodenstromdichte zu hoch	Belag entfernen, mehr Anoden einhängen
	c) zu hohe Salzfracht: Analyse (Carbonatgehalt)	Elektrolyt verdünnen bzw. Carbonat ausfrieren oder fällen
	d) zu niedriger pH-Wert / Hydroxidkonzentration	pH mit KOH auf pH 11,5 einstellen
	e) zu geringe Badbewegung	Elektrolytaustausch verbessern
	f) zu niedrige Badtemperatur	Elektrolyten aufheizen
Anoden werden Schwarz	Elektrolyt enthält Silber	Dummy-plating auf perforierten Blechen
Anoden lösen sich nicht auf, Cu-Gehalt sinkt	a) zu niedrige Badtemperatur	Elektrolyten aufheizen
	b) zu wenig freies Cyanid	analysieren und einstellen
	c) pH-Wert zu hoch	pH-Wert mit Weinsäure oder KHSO ₃ senken
	d) zu hoher Carbonat Gehalt	analysieren, ausfrieren oder fällen mit Barium