

DURNI-COAT[®] DNC 471 SR

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

DNC 471 SR ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von hochglänzenden Nickel-Phosphor-Legierungen, insbesondere für funktionelle Anwendungen. Das Verfahren ist ein selbstregulierendes System, das heisst es ist bei normalem Betrieb keine pH-Regulierung erforderlich. Das Verfahren zeichnet sich durch hohe Arbeitstoleranzen aus. Die daraus erhaltenen Schichten sind vollkommen blei- und cadmiumfrei.

Mechanische Schichteigenschaften

Härte:	im Abscheidenzustand 570 HV 0,05 ± 50 Durch eine Wärmebehandlung (1 h, 400 °C) kann die Härte auf 1000 HV 0,05 ± 50 gesteigert werden
Dehnung:	1,5 – 2,0 %, gemessen an Folien mit der Kalottenmethode
Elastizitätsmodul:	170 to 200 kN/mm ²
Verschleissbeständigkeit:	Taber Abraser CS 10: ca. 25 – 35 mg/1000 Umdrehungen
Eigenspannung: (internal stress analyser)	geringe Druckspannungen, am Badende geringe Zugeigenspannungen (< 30 N/mm ²)

Korrosionsbeständigkeit

Die Korrosionsbeständigkeit der Schichten, erfüllt die Stufe 4 der DIN 50 966 der sehr starken Korrosionsbeanspruchung:

- nach DIN 50018 Kesternich-Test SFW 2,0 > 7 Zyklen
- nach DIN 50021 Essigsaurer Salzsprühtest: > 480 Stunden

Die Schichten erfüllen den Salpetersäuretest (0,5 min Einwirkzeit HNO₃ 65 %, RT ohne Verfärbung) und besitzen eine hohe chemische Beständigkeit.

Physikalische Schichteigenschaften

Dichte (bei 10 bis 14 % P):	7,9 bis 8,2 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 bis 13 x 10 ⁻⁶ 1/°C
Phosphorgehalt: (chem. Bestimmung mit AAS)	10 bis 14 %
Ruhepotential: (50 g/L NaCl, pH 3, luftgesättigt)	-0,005 bis +0,02 V

Alle hier aufgeführten technischen Werte gelten unter den dort genannten bzw. in der Prüfnorm definierten 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 471 SR eignet sich für die Beschichtung aller metallischen Werkstoffe. Mit dem **DNC 471 SR** - Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheidungs- geschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 10 ± 2 μm/h.

DNC 471 SR wird in 5 flüssigen Konzentraten geliefert:

DNC 471 Badansatzlösung A

DNC 471 Badansatzlösung B

Stabilisator 10

DNC 471 SR Regenerierlösung 1

DNC 471 SR Regenerierlösung 2

Zum Neuansatz wird benötigt:

DNC 471 Badansatzlösung A

DNC 471 Badansatzlösung B

Stabilisator 10

für den Badbetrieb:

DNC 471 SR Regenerierlösung 1 & 2

Badbehälter und Ausrüstung

DNC 471 SR 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 471 SR** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNC 471 SR** - Elektrolyt in Berührung kommen, müssen aus wärme- und chemikalienbeständigem Material gefertigt sein. Die Filteranlage sollte aus einer Tauchkreiselpumpe mit nachgeschaltetem Filtergehäuse bestehen, wobei die Tauchkreiselpumpe zur Badbewegung eingesetzt wird. Eine zusätzliche Badbewegung, wie zum Beispiel auch eine Warenbewegung oder Lufteinblasung ist für gleichmässig gute Schichtqualitäten von Vorteil. Hierbei sind aber turbulente Elektrolytbewegungen im Bereich der zu beschichtenden Ware zu vermeiden.

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 oder Edelstahl zu verwenden. Bei diskontinuierlicher Arbeitsweise sollte eine höhere Filterfeinheit gewählt werden.

Arbeitsbedingungen

Badansatz:

deionisiertes Wasser	50 Vol.-% (Leitwert < 5 µS)
DNC 471 Badansatzlösung A	20 Vol.-%
DNC 471 Badansatzlösung B	20 Vol.-%
Stabilisator 10	10 Vol.-%

Regenerierung:	DNC 471 SR Regenerierlösung 1 100 g/L Nickel
	DNC 471 SR Regenerierlösung 2 270 g/L Natriumhypophosphit
Dosierverhältnis:	1 : 2 Reg. 1 : Reg. 2
	Das Dosierungsverhältnis muss genau eingestellt werden
Arbeitstemperatur:	90 – 94 °C
pH-Wert:	4,4 – 4,8 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch) beim Neuansatz 4,4 – 4,5

Nickelgehalt:	5,0 ± 0,6 g/L
Reduktionsmittel:	40 ± 5 g/L
Literbelastung:	0,2 – 1,0 dm ² /L
Abscheidegeschwindigkeit:	8 – 12 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)
Bewegung:	Teilebewegung nützlich, jedoch nicht unbedingt erforderlich

Badansatz

Vor Neuansatz bzw. Erstansatz eines **DNC 471 SR** - Bades sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 471 SR** - 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 nicht übersteigen.

Das zum Badansatz benötigte Volumen an deionisiertem Wasser (Leitwert < 5 µS) wird vorgelegt. Nach Einschalten des Filterkreislaufes gibt man die **DNC 471 SR** - 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 471 SR** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

Wird im **DNC 471 SR** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 471 SR** abzukühlen (t < 40 °C), um eine maximale Lebensdauer (8 Metall-turnover) und Stabilität der Lösung zu erreichen.

Werden im **DNC 471 SR** ausschliesslich Aluminiumwerkstoffe beschichtet, so ist die Lebensdauer des Elektrolyten abhängig von der Aufkonzentrierung des Abbauproduktes Orthophosphit, und den Zinkverunreinigungen. Knetlegierungen, lassen sich bis max. 6 MTO beschichten. Um gut haftende Chemisch-Nickelüberzüge abzuscheiden, ist eine Vorbehandlung nach dem Zinkatverfahren erforderlich.

Dies hat eine Verschleppung von Zinkionen ins **DNC 471 SR** zur Folge. Eine Grenzkonzentration von 50 mg/L Zink darf im **DNC 471 SR** - Elektrolyten nicht überschritten werden.

Basismaterialien

DNC 471 SR 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.

Arbeitstemperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt zwischen 90 und 94 °C, Optimum für Start: 90°C. Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNC 471 SR** -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 471 SR Regenerierlösung 1** ca. 56 dm² á 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 471 SR Regenerierlösung 1** sind 2,0 Volumenteile **DNC 471 SR Regenerierlösung 2** zu ergänzen.

Eine pH-Regulierung ist nicht notwendig!

Es sollte darauf geachtet werden, dass die Lösung nicht mehr als 12 % vom Grenzmetallgehalt (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 50 mL/L **DNC 471 SR Regenerierlösung 1**.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,4 – 4,8. Ein neuangesetzter Elektrolyt ist so eingestellt, dass mit einem pH-Wert von 4,4 – 4,5 begonnen wird. Über die regelmässige und die korrekte Dosierung der **DNC 471 SR Regenerierlösung 1 & 2** erhöht sich mit zunehmenden Elektrolytalter automatisch der pH - Wert bis auf 4,8. Hierbei muss manuell nicht eingegriffen werden. Über die Einstellung der Arbeitstemperatur wird die Abscheidegeschwindigkeit geregelt.

Eine gelegentliche Überwachung des pH-Wertes der Elektrolytlösung ist trotzdem zu empfehlen. Die pH-Messung erfolgt elektrometrisch (gemessen bei t = 20 °C).

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 konzentrierter 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.

Gefahren- und Sicherheitshinweise

Diese sind den DIN-Sicherheitsdatenblättern der **DNC 471 Badansatzlösungen A & B**, **DNC 471 SR Regenerierlösungen 1 & 2** und des **Stabilisator 10** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak relevanten DIN-Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **DNC 471 Badansatzlösungen A und B**, sowie die **DNC 471 SR Regenerierlösungen 1 & 2**, und der **Stabilisator 10** sollten bei Temperaturen von 5 – 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 471 Badansatzlösungen A und B**, die **DNC 471 SR Regenerierlösungen 1 & 2**, der **Stabilisator 10** 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.

Abwasserbehandlung

DNC 471 SR und seine Spülwässer müssen vor dem Ablassen in die Kanalisation entgiftet und neutralisiert werden. Abwasserbehandlungsmethoden werden bei Bedarf von RIAG Oberflächentechnik mitgeteilt.

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
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 (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 KIO_3/KI – mL 0,1 mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) x 2,65