

DURNI-COAT[®] DNC 471

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

DNC 471 ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von hochglänzenden Nickel-Phosphor-Legierungen, insbesondere für funktionelle Anwendungen. 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 eignet sich für die Beschichtung aller metallischen Werkstoffe. Mit dem **DNC 471** -Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheidungsgeschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 10 ± 2 μm/h.

DNC 471 wird in 4 flüssigen Konzentraten geliefert:

DNC 471 Badansatzlösung A

DNC 471 Badansatzlösung B

DNC 471 Regenerierlösung 1

DNC 471 Regenerierlösung 2

Zum Neuansatz wird benötigt: **DNC 471 Badansatzlösung A**

DNC 471 Badansatzlösung B

Stabilisator 10 (optional)

für den Badbetrieb: **DNC 471 Regenerierlösung 1 & 2**

und verdünnte Ammoniaklösung

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

Badbehälter und Ausrüstung

DNC 471 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** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNC 471** - 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 50 Vol.-% (Leitwert < 5 µS)

DNC 471 Badansatzlösung A 20 Vol.-%

DNC 471 Badansatzlösung B 20 Vol.-%

Zur pH-Stabilisierung kann beim Ansatz zusätzlich zugegeben werden:

Stabilisator 10 10 Vol.-%
In diesem Fall sind nur 40 Vol.-% deionisiertes
Wasser vorzulegen

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

Regenerierung:	DNC 471 Regenerierlösung 1	120 g/L Nickel
	DNC 471 Regenerierlösung 2	648 g/L Natriumhypophosphit
	15 % Ammoniak	600 mL/L Ammoniak 25 %
Dosierverhältnis:	1 : 1 : 0,44	Reg. 1 : Reg. 2 : Ammoniak
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** - Bades sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 471** - 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** - 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** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

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

Werden im **DNC 471** 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** zur Folge. Eine Grenzkonzentration von 50 mg/L Zink darf im **DNC 471** - Elektrolyten nicht überschritten werden.

Basismaterialien

DNC 471 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**-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 Regenerierlösung 1** ca. 67 dm² á 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 471 Regenerierlösung 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 471 Regenerierlösung 2** und 0,44 Volumenteile Ammoniaklösung 15 % zu ergänzen.

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.

Achtung: Bei Abweichungen von mehr als 2,0 g/L des Hypophosphitgehaltes (z.B. 37 g/L) sollte die fehlende Menge **DNC 471 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.

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 471 Regenerierlösung 1**.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,4 – 4,8. Ein neuangesetztes Bad wird mit einem pH-Wert von 4,4 – 4,5 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 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 471 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 DIN-Sicherheitsdatenblättern für **DNC 471 Badansatzlösung A** und **B**, **DNC 471 Regenerierlösung 1** und **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 Regenerierlösungen 1** und **2**, der **Stabilisator 10** und die Ammoniaklösung 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 Regenerierlösungen 1** und **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.

Sicherheitshinweise

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

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