

DURNI-DISP[®] DNC 571 SiC

Blei- und cadmiumfreies, aussenstromlos abscheidendes NiP-Verfahren mit eingelagertem Siliziumcarbid zur Erzeugung von Schichten mit hohen Haftreibungswerten

DNC 571 SiC ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von SiC-Dispersionsschichten bleifreier Nickel-Phosphor-Legierungen. Bedingt durch die eingelagerten SiC-Partikel erreicht dieses Schichtsystem eine hervorragende abrasive Verschleissfestigkeit von nur 5 – 8 mg/10 000 Umdrehungen Abrieb bei der Prüfung mit dem Taber Abraser (CS 17 Scheibe). Das Verfahren scheidet hochphosphorhaltige Schichten mit einem Phosphorgehalt von 9 – 12 % ab und enthält 20 – 25 Vol.% SiC (= 9 Gew. %). Das Verfahren zeichnet sich durch hohe Arbeitstoleranzen aus. Die daraus erhaltenen Schichten sind vollkommen blei- und cadmiumfrei.

Tribologische Schichteigenschaften

Härte:	im Abscheidenzustand eine Mischhärte von 700 HV 0,05 ± 50 Durch eine Wärmebehandlung (1 h, 400 °C) kann die Härte auf 1000 HV 0,05 ± 50 gesteigert werden
Verschleissbeständigkeit:	Taber Abraser CS 17: 5 – 8 mg/10'000 Umdrehungen

Physikalische Schichteigenschaften

Dichte (bei 9 bis 12 % P):	7,9 bis 8,2 kg/dm ³
Schmelzpunkt:	1140 bis 1170 K
Wärmeleitvermögen:	0,04 W/(cm x °C)
Phosphorgehalt: (chem. Bestimmung mit AAS)	9 bis 12 %

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.

Die Abscheidungsgeschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 11 – 15 µm/h.

DNC 571 SiC wird neben den notwendigen SiC-Zusätzen in 4 flüssigen Konzentraten geliefert:

DNC 571 SiC Badansatzlösung A

DNC 571 SiC Badansatzlösung B

DNC 571 SiC Regenerierlösung 1

DNC 571 SiC Regenerierlösung 2

Zum Neuansatz wird benötigt:

DNC 571 SiC Badansatzlösung A

DNC 571 SiC Badansatzlösung B

Stabilisator 10 (optional)

für den Badbetrieb:

DNC 571 SiC Regenerierlösung 1 & 2

und verdünnte Ammoniaklösung

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

Badbehälter und Ausrüstung

Für die gleichmässige Kornverteilung in der Schicht sind speziell konzipierte Anlagen mit entsprechender Umwälzung und Elektrolytführung erforderlich. Es kommen anodisch geschützte Edelstahlwannen zum Einsatz.

Die Beheizung erfolgt mit anodisch geschützten Edelstahldampfschlangen oder elektrischen Tauchbadwärmern (Mantel: Edelstahl anodisch geschützt).

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.

Reinigung des SiC Pulvers

1 kg Siliziumcarbid wird in 4 L deionisiertes Wasser gegeben und gerührt. Unter Rühren werden 600 mL konzentrierte Schwefelsäure und 20 mL **DNC SiC Tensid A** zugegeben. Für 5 Minuten wird weiterhin gründlich gerührt. Danach lässt man das Korn für ca. eine Stunde absetzen. Anschliessend wird vorsichtig dekantiert. Man gibt erneut 3 L deionisiertes Wasser zu, und rührt dies erneut auf. Der Waschvorgang wird dreimal wiederholt. Danach ist das Korn einsatzbereit. Das SiC Korn kann auch auf Vorrat gereinigt werden.

Arbeitsbedingungen

Badansatz:

deionisiertes Wasser 50 Vol.-% (Leitwert < 5 µS/cm)

**DNC 571 SiC
Badansatzlösung A** 20 Vol.-%

**DNC 571 SiC
Badansatzlösung B** 20 Vol.-%

Zur pH-Stabilisierung kann beim Ansatz zusätzlich zugegeben werden:

Stabilisator 10 10 Vol.-%

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

Zugabe Siliziumcarbid

Nach Einstellung des pH-Wertes werden zugegeben:

DNC SiC Tensid A 0,05 mL/L

DNC SiC Tensid B 0,025 mL/L

DNC SiC Pulver, gereinigt
mittlere Korngrösse 1 µm 10 g/L

Regenerierung: **DNC 571 SiC** 120 g/L Nickel
Regenerierlösung 1
DNC 571 SiC 648 g/L Natriumhypophosphit
Regenerierlösung 2
15 % Ammoniak 600 mL/L 25 % Ammoniak

Dosierverhältnis: 1 : 1 : 0,44 **Reg. 1 : Reg. 2** : Ammoniak

Arbeitstemperatur: 88 – 94 °C

pH-Wert: 4,2 – 4,7 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch)
beim Neuansatz 4,3 ± 0,1

Nickelgehalt: 5,0 ± 1,0 g/L

Reduktionsmittel: 40 ± 5 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 SiC 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 SiC Regenerierlösung 2 stabifrei** ergänzt werden, bevor mit der üblichen **DNC 571 SiC 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 SiC Regenerierlösung 2** direkt vor der Wiederinbetriebnahme zuzufügen.

Literbelastung: 0,2 – 0,8 dm²/L

Abscheidegeschwindigkeit: 11 – 15 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)

Bewegung: Teilebewegung mittels Drehgestell

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 SiC** -Lösung während des Aufheizens und Abkühlens ist notwendig, um lokale Überhitzungen zu vermeiden.

Badansatz

Vor Neuansatz bzw. Erstanatz eines **DNC 571 SiC** Bades sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 571 SiC**- Elektrolytlösung in Berührung kommen, mit Salpetersäure von eventuell anhaftendem Nickel zu befreien. Danach werden mit nickelfreier Salpetersäure (Passivierungssäure: Säurekonzentration > 40 % und Nickelgehalt < 1 g/L Nickel) die Anlage und Anlagenteile passiviert. Nach gründlicher Spülung vorgenannter Aggregate mit Wasser und deionisiertem Wasser ist die an der Kreislufpumpe austretende Wasserqualität zu überprüfen. Sie sollte einen Leitwert von 10 µS/cm nicht übersteigen.

Das zum Badansatz benötigte Volumen an destilliertem Wasser (Leitwert < 5 µS/cm) wird vorgelegt. Nach Einschalten der Kreislufpumpe gibt man die **DNC 571 SiC** Badansatzchemikalien hinzu. Nach Voreinstellung des pH-Wertes werden dann die entsprechenden Tenside und dann das gereinigte SiC-Pulver zugegeben und auf das Endvolumen aufgefüllt. 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 SiC** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

Wird im **DNC 571 SiC** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 571 SiC** abzukühlen ($t < 40$ °C), um eine maximale Lebensdauer (> 7 Metall-turnover) und Stabilität der Lösung zu erreichen.

Werden im **DNC 571 SiC** ausschliesslich Aluminiumwerkstoffe beschichtet, so ist die Lebensdauer des Elektrolyten abhängig von der Aufkonzentrierung des Abbauproduktes Orthophosphit, und den Zinkverunreinigungen. Knetlegierungen, lassen sich bis max. 4 MTO beschichten. Um gut haftende Chemisch-Nickelüberzüge abzuscheiden, ist eine Vorbehandlung nach dem Zinkatverfahren erforderlich.

Dies hat eine Verschleppung von Zinkionen ins **DNC 571 SiC** zur Folge. Eine Grenzkonzentration von 50 mg/L Zink darf im **DNC 571 SiC** - Elektrolyten nicht überschritten werden.

Basismaterialien

DNC 571 SiC 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.

Badinstandhaltung

Zur Erzielung einer optimalen Abscheidungsgeschwindigkeit ist es notwendig, die unter "Arbeitsbedingungen" vorgesehenen Badparameter einzuhalten. Für eine Volumeneinheit **DNC 571 SiC Regenerierlösung 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 571 SiC 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 SiC Regenerierlösung 1**.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,2 – 4,7. Ein neuangesetztes Bad wird mit einem pH-Wert von $4,3 \pm 0,1$ 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 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 571 SiC 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 **DNC 571 SiC Badansatzlösungen A und B**, **DNC 571 SiC 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 SiC Badansatzlösungen A und B**, sowie die **DNC 571 SiC 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 SiC Badansatzlösungen A und B**, die **DNC 571 SiC 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
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 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 HCl (600 mL/L HCl 32 %)
0,05 Mol Kaliumiodid-iodatlösung KIO_3/KI (oder Jodlösung)
0,1 Mol 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 KIO_3/KI – mL 0,1 Mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) x 2,65