

DURNI-COAT[®] DNC 771

**aussenstromlos abscheidender bleifreier Nickelelektrolyt
für erhöhte Verschleissbeanspruchungen**

DNC 771 ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von glänzenden Nickel-Phosphor-Legierungen, insbesondere für funktionelle Anwendungen. Das Verfahren scheidet niederphosphorhaltige Schichten mit einem Phosphorgehalt von 3 – 6 % ab mit einer hohen Härte im Abscheidungs-zustand und hoher Verschleissbeständigkeit. Die daraus erhaltenen Schichten sind vollkommen blei- und cadmiumfrei.

Mechanische Schichteigenschaften

Härte:	im Abscheidungszustand 680 (± 50) HV _{0,05}
Dehnung:	< 0,5 %, gemessen an Folien mit der Kalottenmethode
Elastizitätsmodul:	170 bis 200 kN/mm ²
Verschleissbeständigkeit:	Taber Abraser CS 10: < 20 mg/1000 Umdrehungen nach Tempern: < 14 mg/1000 Umdrehungen
Eigenspannung: (internal stress analyser)	geringe Druckspannungen

Korrosionsbeständigkeit

Mit dem **DNC 771** abgeschiedene Schichten liefern folgende Korrosionsprüfwerte (< 4 % korrodierte Fläche) bei einer Schichtdicke von 40 µm:

- nach DIN 50018 Kesternich-Test 0,2 SO₂ ≥ 3 Zyklen
- nach DIN 50021 essigsaurer Salzsprühtest: ≥ 96 Stunden
- nach DIN 50021 neutraler Salzsprühtest: > 500 Stunden

Physikalische Schichteigenschaften

Dichte (bei 3 bis 6 % P):	8,5 ± 0,2 kg/dm ³
Schmelzpunkt:	ca. 1500 K
Spezifischer el. Widerstand: (4-Spitzenmesstechnik)	ca. 49 µΩcm
Wärmeleitvermögen:	0,04 W/(cm x °C)
Linearer Wärmeausdehnungs- koeffizient:	12 – 13 x 10 ⁻⁶ 1/°C
Phosphorgehalt: (chem. Bestimmung mit AAS/ICP)	3 bis 6 %
Magnetisches Verhalten:	schwach magnetisch

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 771 eignet sich für die Beschichtung von vielen metallischen Werkstoffen. Mit dem **DNC 771** - Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheidengeschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 15 – 20 µm/h.

DNC 771 wird in 3 flüssigen Konzentraten geliefert:

DNC 771 Badansatzlösung

DNC 771 Regenerierlösung 1

DNC 771 Regenerierlösung 2

zum Neuansatz wird benötigt: **DNC 771 Badansatzlösung**

DNC 771 Regenerierlösung 1

für den Betrieb: **DNC 771 Regenerierlösung 1 & 2**
und verdünnte Ammoniaklösung

Badbehälter und Ausrüstung

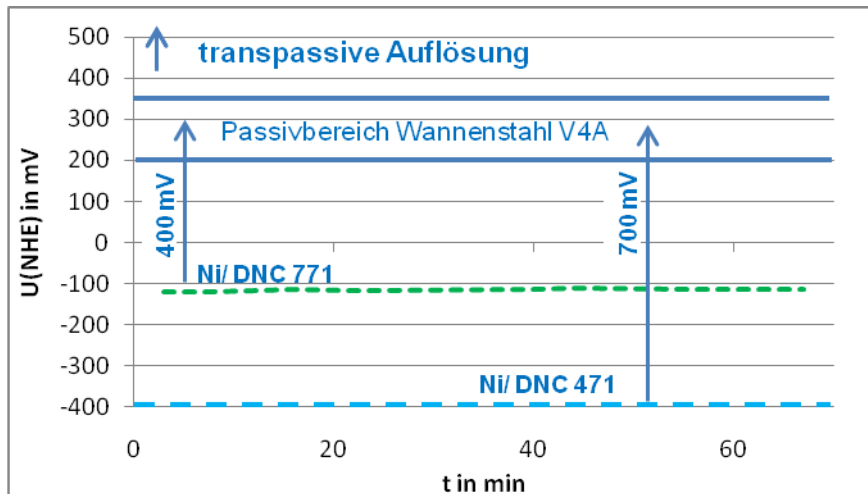
DNC 771 kann in bestehenden Anlagen zur chemischen Vernickelung eingesetzt werden, wobei wärmebeständige Kunststoffe (95 °C) oder anodisch geschützte Edelstahlwannen als Behältermaterial eingesetzt werden müssen.

Die Beheizung soll mit PTFE-bzw. Edelstahldampfschlangen oder elektrischen Tauchbadwärmern (Mantel: Edelstahl anod. 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.

Anodischer Wannenschutz für Edelstahlwannen

Zum Schutz vor Fremdvernickelung werden Edelstahlwannen durch ein anodisches Potential geschützt. Dies erfolgt über sogenannte Protektostaten. Beim **DNC 771** sollte dieses Schutzpotential (wird zwischen Kathodenstab und Wanne angelegt) bei 350 – 400 mV liegen. Das Abscheidepotential von **DNC 771** liegt bei -100 mV, vgl. grüne Messlinie im Diagramm, die hellblaue Messlinie zeigt im Vergleich das Abscheidepotential von **DNC 471**.



Filtration und Badbewegung

Eine kontinuierliche Filtration der **DNC 771** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNC 771** - 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 75 Vol.-% (Leitwert < 5 µS/cm)

DNC 771 Badansatzlösung 20 Vol.-%

DNC 771 Regenerierlösung 1 4,2 Vol.-%

Regenerierung:	DNC 771 Regenerierlösung 1	120 g/L Nickel
	DNC 771 Regenerierlösung 2	540 g/L Natriumhypophosphit
	15 % Ammoniak	600 mL/L 25 % Ammoniak

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

Arbeitstemperatur: 85 – 90 °C

pH-Wert: 5,1 ± 0,1 (gemessen bei Arbeitstemperatur, elektrometrisch)

Nickelgehalt: 5,0 ± 1,0 g/L

Reduktionsmittel: 18 ± 2 g/L

Literbelastung: 0,2 – 1,0 dm²/L

Abscheidengeschwindigkeit: 15 – 20 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)

Bewegung: Teilebewegung nützlich

Badansatz

Vor Neuansatz bzw. Erstanatz eines **DNC 771** - Elektrolyten sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 771** - 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 771** - Badansatzchemikalien hinzu. Nach Aufheizen auf Arbeitstemperatur wird der pH-Wert nochmals kontrolliert.

Beim Badansatz ist ein Mindestgehalt von 18 g/L Hypophosphit mit **DNC 771 Badansatzlösung** einzustellen. Es darf hierzu keine **DNC 771 Regenerierlösung 2** verwendet werden.

Arbeitstemperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt zwischen 85 und 90 °C, Optimum für Start: 88 °C für die erste Charge. Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNC 771**-Lösung während des Aufheizens und Abkühlens ist notwendig, um lokale Überhitzungen zu vermeiden.

Arbeitshinweise

Die stromlos zu vernickelnden Teile werden nach sorgfältiger Vorbehandlung einfach in die **DNC 771** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

Wird im **DNC 771** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 771** abzukühlen ($t < 40$ °C), um eine maximale Lebensdauer (> 9 metal-turnover) und Stabilität der Lösung zu erreichen.

Werden im **DNC 771** 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 771** zur Folge. Eine Grenzkonzentration von 50 mg/L Zink darf im **DNC 771** - Elektrolyten nicht überschritten werden.

Basismaterialien

DNC 771 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. Unter normalen Arbeitsbedingungen können mit 1 Liter **DNC 771 Regenerierlösung 1** ca. 62 dm² à 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 771 Regenerierlösung 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 771 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 771 Regenerierlösung 1**.

Bei Badverlusten (Leckagen der Wanne, Verluste beim Umpumpen etc.) ist die Fehlmenge an Natriumhypophosphit durch die Badansatzlösung und keinesfalls mit DNC 771 Reg 2 zu ergänzen.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei $5,1 \pm 0,1$ gemessen bei Arbeitstemperatur bzw. $5,0 \pm 0,1$ bei Raumtemperatur. Die Überwachung der Badlösung erfolgt elektrometrisch.

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 771 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 771 Badansatzlösung**, und **DNC 771 Regenerierlösungen 1** und **2** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak und Schwefelsäure relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **DNC 771 Badansatzlösung** sowie die **DNC 771 Regenerierlösungen 1** und **2** 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 771 Badansatzlösung**, die **DNC 771 Regenerierlösungen 1** und **2** 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.

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:	18 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 Na ₂ S ₂ 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 Na ₂ S ₂ O ₃) x 2,65