

28.12.2010

## **DURNI-COAT<sup>®</sup> DNM-4**

### **Aussenstromlos abscheidendes halbgänzendes NiP-Verfahren zur Magnesium-Beschichtung für erhöhte Verschleissbeanspruchungen**

**DNM-4** ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von Nickel-Phosphor-Legierungen, welches speziell entwickelt wurde zur Abscheidung metallisch halbgänzender Überzüge auf Magnesiumlegierungen.

Das Verfahren scheidet niederphosphorhaltige Schichten mit einem Phosphorgehalt von 5 – 8 % ab. Mit dem **DNM-4** -Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheidungsgeschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 13 – 16 µm/h.

**DNM-4** wird in 3 flüssigen Konzentraten geliefert:

**DNM-4 Badansatzlösung**

**DNM-4 Regenerierlösung 1**

**DNM-4 Regenerierlösung 2**

**Zum Neuansatz wird benötigt:**

**DNM-4 Badansatzlösung**

**DNM-4 Regenerierlösung 1**

**DNM-4 Aktivatorsalz**

**für den Badbetrieb:**

**DNM-4 Regenerierlösung 1 & 2**

**und verdünnte oder konzentrierte Ammoniaklösung**

### **Badbehälter und Ausrüstung**

**DNM-4** 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.

## Filtration und Badbewegung

Eine kontinuierliche Filtration der **DNM-4** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNM-4** - 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 15 – 20 fachen Badvolumen/h empfohlen. Als Filter sind 3 µm Filter (Kerzen) aus Polypropylen bei kontinuierlicher Arbeitsweise, 1 µm bei diskontinuierlicher Arbeitsweise zu verwenden.

## Arbeitsbedingungen

### Badansatz:

deionisiertes Wasser	80 Vol.-% (Leitwert < 5 µS/cm)
<b>DNM-4 Badansatzlösung</b>	10 Vol.-%
<b>DNM-4 Regenerierlösung 1</b>	5 Vol.-%
Ammoniaklösung	bis pH 10
<b>DNM-4 Aktivatorsalz</b>	15 g/L (vorgelöst in ca. 10 Vol.-% DI Wasser)

Regenerierung:	<b>DNM-4 Regenerierlösung 1</b>	100 g/L Nickel
	<b>DNM-4 Regenerierlösung 2</b>	648 g/L Natriumhypophosphit 360 mg/L Stabilisator
	konz. Ammoniak	25 % Ammoniak

Dosierverhältnis: 1 : 0,733      Reg. 1 : Reg. 2

Arbeitstemperatur: 86 – 94 °C

pH-Wert: 8,0 ± 0,2 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch),  
entspricht ca. pH 7,0 ± 0,2 bei 90 °C

Nickelgehalt: 5,0 ± 0,5 g/L

Reduktionsmittel: 18 ± 3 g/L

Stabilisatorgehalt 2,7 mg/L (2 – 4 mg/L)

Literbelastung: 0,2 – 1,2 dm<sup>2</sup>/L

Abscheidegeschwindigkeit: 13 – 16 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)

Bewegung: Teilebewegung nützlich

## Badansatz

Vor Neuansatz bzw. Erstansatz eines **DNM-4** - Bades sind alle Anlagenteile, die mit **DNM-4** - 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 5  $\mu\text{S}/\text{cm}$  nicht übersteigen. Das zum Badansatz benötigte Volumen an deionisiertem Wasser (Leitwert < 5  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) wird vorgelegt. Nach Einschalten des Filterkreislaufes gibt man die **DNM-4** - Badansatzchemikalien in der oben genannten Reihenfolge hinzu und füllt auf das Endvolumen auf. Nach Aufheizen auf Arbeitstemperatur wird der pH-Wert nochmals kontrolliert.

## Arbeitshinweise

Die stromlos zu vernickelnden Teile werden nach sorgfältiger Vorbehandlung einfach in die **DNM-4** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist. Wird im **DNM-4** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNM-4** abzukühlen ( $t < 40\text{ °C}$ ), um eine maximale Lebensdauer (6 – 8 Metall-turnover) und Stabilität der Lösung zu erreichen.

## Basismaterialien

**DNM-4** ist ein speziell entwickelter Elektrolyt zur Beschichtung von Magnesium-Legierungen. Als mechanische Vorbehandlung sind möglich: Schleifen, Strahlen mit Korund oder Glasperlen. Beim Strahlgut ist sicher zustellen, dass damit nur Magnesium gestrahlt wird. Die zu beschichtenden Basismaterialien müssen frei sein von:

Chromatierungen, temporären Korrosionsschichten, Trenn-, Schleifmitteln, Ölen sowie silikonhaltigen Bearbeitungshilfsstoffen jedweder Art.

Eine Schichtdicke vom mind. 4  $\mu\text{m}$  ist eine Grundlage zur Abscheidung weiterer galvanischer Schichtsysteme. Vor dem Aufbringen weiterer galvanischer Schichten ist eine Wärmebehandlung erforderlich. Als optimal ermittelt wurde eine Temperatur von 180  $^{\circ}\text{C}$  und eine Behandlungszeit von 30 Minuten.

RIAG-Oberflächentechnik stellt gerne die für den Anwendungsfall notwendige Vorbehandlungsvorschrift zur Verfügung.

## Arbeitstemperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt zwischen 86 und 94  $^{\circ}\text{C}$ , Optimum für Start: 90  $^{\circ}\text{C}$ . Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNM-4**-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 **DNM-4 Regenerierlösung 1** ca. 50 dm<sup>2</sup> à 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNM-4 Regenerierlösung 1** sind 0,73 Volumenteile **DNM-4 Regenerierlösung 2** und konzentrierte Ammoniaklösung zu ergänzen.

Es sollte darauf geachtet werden, dass die Lösung nicht mehr als 10 % 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 50 mL/L **DNM-4 Regenerierlösung 1**.

## pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 7,8 – 8,2 gemessen bei 20 °C, Optimum 8,0 bzw. 6,8 – 7,2 bei 90 °C. Die Überwachung der Badlösung erfolgt elektrometrisch.

Zur pH-Senkung verwendet man Schwefelsäure ca. 10 % (60 mL/L konzentrierte Schwefelsäure p.a.), zur pH-Erhöhung Ammoniak ca. 25 %.

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

**DNM-4** 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 **DNM-4 Badansatzlösung**, und **DNM-4 Regenerierlösungen 1** und **2** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **DNM-4 Badansatzlösung** sowie die **DNM-4 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 **DNM-4 Badansatzlösung**, die **DNM-4 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.

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](http://www.ahc-surface.com)  
[info.waengi@ahc-surface.com](mailto: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<sub>3</sub>/KI (oder Jodlösung)  
0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

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<sub>3</sub>/KI – mL 0,1 mol/L Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) x 2,65