

03.04.2018

DURNI-COAT[®] DNC 462

Aussenstromlos abscheidendes und selbstregulierendes NiP-Verfahren für Verschleiss- und hohe Korrosionsbeanspruchungen

DNC 462 ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von glänzenden Nickel- Phosphor-Legierungen, insbesondere für funktionelle Anwendungen. Das Verfahren ist ein selbstregulierendes System. Das Verfahren scheidet hochphosphorhaltige Schichten mit einem Phosphorgehalt von 10 – 13 % ab und zeichnet sich durch hohe Arbeitstoleranzen aus.

Mechanische Schichteigenschaften

Härte:	im Abscheidezustand 550 HV 0,05 ± 50 Durch eine Wärmebehandlung (1 h, 400 °C) kann die Härte auf 1000 HV 0,05 ± 50 gesteigert werden
Elastizitätsmodul:	170 bis 200 KN/mm ²
Verschleissbeständigkeit:	Taber Abraser CS 10: ca. 25 – 35 mg/1000 Umdrehungen.
Eigenstressungen: (internal stress analyser)	geringe Druckspannungen

Korrosionsbeständigkeit

Die Korrosionsbeständigkeit der Schichten, erfüllt die Stufe 2 – 3 der DIN 50 966 der mässigen Korrosionsbeanspruchung:

- nach DIN 50021 essigsaurer Salzsprühtest: > 200 Stunden
- nach DIN 50021 neutraler Salzsprühtest: > 1000 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 – 13 % P): 7,9 – 8,2 kg/dm³

Schmelzpunkt: 870 – 900 °C

Phosphorgehalt: 10 – 13 %
(chem. Bestimmung mit ICP-OES)

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 462 eignet sich für die Beschichtung metallischer Werkstoffe. Mit dem **DNC 462** - Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheidungsgeschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 9 – 13 µm/h.

DNC 462 wird in 3 flüssigen Konzentraten geliefert:

DNC 462 Replenisher 1

DNC 462 Make up

DNC 462 Replenisher 2

Zum Neuansatz wird benötigt: **DNC 462 Replenisher 1**

DNC 462 Make up

für den Betrieb:

DNC 462 Replenisher 1 und Replenisher 2

und verdünnte Kaliumcarbonatlösung (bei Bedarf)

Behälter und Ausrüstung

DNC 462 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 der Elektrolyt 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 Bewegung

Eine kontinuierliche Filtration der **DNC 462** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNC 462** - Elektrolyt in Berührung kommen, sollten aus wärme- und chemikalienbeständigem Material gefertigt sein. Die Filteranlage sollte aus einer Tauchkreislumppe mit nachgeschalteten Filtergehäusen bestehen, wobei die Tauchkreislumppe zur Badbewegung eingesetzt wird. Um bei kontinuierlicher Arbeitsweise eine optimale Durchmischung des Elektrolyten und der zufließenden Regenerierungen 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

Make up:

deionisiertes Wasser	77 Vol.-% (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm)
DNC 462 Replenisher 1	8 Vol.-%
DNC 462 Make up	15 Vol.-% (133 g/L Natriumhypophosphit)

Der pH-Wert wird nach dem Ansatz bei Raumtemperatur mit Kaliumcarbonatlösung eingestellt.

Regenerierung:	DNC 462 Replenisher 1	75 g/L Nickel
	DNC 462 Replenisher 2	400 g/L Natriumhypophosphit
Dosierverhältnis:	1 : 1	Replenisher 1 : Replenisher 2
Arbeitstemperatur:	85 – 94 °C	
pH-Wert:	4,6 – 5,0 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch)	
	Beim Neuansatz 4,6	
Nickelgehalt:	6,0 ± 0,5 g/L	
Reduktionsmittel:	20 ± 2 g/L	
Literbelastung:	0,5 – 2,4 dm ² /L	
Abscheidegeschwindigkeit:	9 – 13 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)	
Bewegung:	Teilebewegung nützlich, jedoch nicht unbedingt erforderlich	

Make up

Vor Neuansatz bzw. Erstanatz eines **DNC 462** - Elektrolyten sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 462** – 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 eine elektrische Leitfähigkeit von 10 µS/cm nicht übersteigen.

Das zum Make up benötigte Volumen an deionisiertem Wasser (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm) wird vorgelegt. Nach Einschalten des Filterkreislaufes gibt man die **DNC 462** - Ansatzchemikalien hinzu. Vor Aufheizen werden durch eine Analyse die Elektrolytwerte (Nickel, Natriumhypophosphit und pH-Wert) überprüft.

Nach Aufheizen auf Arbeitstemperatur wird der pH-Wert nochmals kontrolliert.

Arbeitshinweise

Die stromlos zu vernickelnden Teile werden nach sorgfältiger Vorbehandlung einfach in die **DNC 462** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist. Wird im **DNC 462** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 462** abzukühlen ($t < 40\text{ °C}$), um eine maximale Lebensdauer und Stabilität der Lösung zu erreichen.

Werden im **DNC 462** ausschliesslich Aluminiumwerkstoffe beschichtet, so ist die Lebensdauer des Elektrolyten abhängig von der Aufkonzentrierung des Abbauproduktes Orthophosphit und den Zinkverunreinigungen. Um gut haftende Chemisch-Nickelüberzüge abzuscheiden, ist eine Vorbehandlung nach dem Zinkatverfahren erforderlich.

Dies hat eine Verschleppung von Zinkionen ins **DNC 462** zur Folge. Eine Grenzkonzentration von 50 mg/L Zink darf im **DNC 462** - Elektrolyten nicht überschritten werden.

Basismaterialien

DNC 462 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 85 und 94 °C, Optimum für Start: 88 °C. Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNC 462** – Lösung während des Aufheizens und Abkühlens ist notwendig, um lokale Überhitzungen zu vermeiden.

Instandhaltung des Elektrolyten

Zur Erzielung einer optimalen Abscheidungsgeschwindigkeit ist es notwendig, die unter "Arbeitsbedingungen" vorgesehenen Parameter einzuhalten. Unter normalen Arbeitsbedingungen können mit 1 Liter **DNC 462 Replenisher 1** ca. 40 dm² à 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 462 Replenisher 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 462 Replenisher 2** zu ergänzen.

Es sollte darauf geachtet werden, dass die Lösung nicht mehr als 8 % vom Sollmetallgehalt (s. "Arbeitsbedingungen") abweicht. Ergänzungen sollten häufiger und in kleinen Mengen langsam zugesetzt werden oder bei grösseren Volumina über eine automatische Nickelsteuerung vorgenommen werden.

Wir empfehlen täglich (morgens und abends) Analysen des Nickel- und Hypophosphitgehaltes durchzuführen. Ein Metallturnover (MTO) wird erzielt, wenn 6,0 g/L Nickel aus der Lösung abgeschieden wurden; dies entspricht einem Verbrauch von 80 mL/L **DNC 462 Replenisher 1**.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,6 – 5,0. Ein neuangesetzter Elektrolyt ist so eingestellt, dass mit einem pH-Wert von 4,6 begonnen wird (gemessen bei 20 °C). Über die regelmässige und die korrekte Dosierung des **DNC 462 Replenisher 2** erhöht sich mit zunehmendem Elektrolytalter automatisch der pH – Wert bis auf 5,0. Hierbei muss manuell nicht eingegriffen werden. Über die Einstellung der Arbeitstemperatur wird die Abscheidegeschwindigkeit geregelt.

pH-Wert-Korrektur

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

Alle Zugaben müssen langsam und unter gutem Rühren erfolgen. Bei Verwendung von Kaliumcarbonatlösung und Schwefelsäure sind die Unfallverhütungsvorschriften für Lauge und Säure zu beachten.

Abwasserbehandlung

DNC 462 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 462 Make up**, **DNC 462 Replenisher 1** und **DNC 462 Replenisher 2** zu entnehmen.

Die **DNC 462 Make up**, **DNC 462 Replenisher 1** und **DNC 462 Replenisher 2** sollten bei Temperaturen von wenigstens 10 °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 462 Make up**, **DNC 462 Replenisher 1** und **DNC 462 Replenisher 2** sollten nicht mit Haut und Augen in Berührung kommen. Im Schadensfall mit viel kaltem Wasser spülen und bei Augenverletzungen einen Arzt aufsuchen bzw. hinzuziehen.

Haftung

Die vorliegende Betriebsanleitung wurde unter Berücksichtigung des Stands der Technik sowie der geltenden Normen erstellt und beruht auf langjährigen Erkenntnissen und Erfahrungen von riag. Das Einhalten dieser Betriebsanleitung und der beschriebenen Methoden beim Kunden/Anwender können von riag nicht überwacht werden. Das Arbeiten mit Produkten von riag muss den örtlichen Verhältnissen entsprechend angepasst werden. Insbesondere bei Nichtbeachtung der vorliegenden Betriebsanleitung, unsachgemässer Anwendung der Methoden, eigenmächtigen technischen Veränderungen, fehlender oder mangelhafter Wartung der technischen und notwendigen Geräte/Apparaturen und beim Einsatz von nichtqualifiziertem Personal übernimmt riag keine Haftung für Schäden, Verluste oder Kosten. Für durch riag oder ihre Erfüllungsgehilfen entstandene Schäden haftet riag nur bei Vorsatz oder grober Fahrlässigkeit.

riag behält sich zudem das Recht vor, ohne vorherige Mitteilung Änderungen bezüglich der Produkte, Methoden und Betriebsanleitung vorzunehmen.

Wir liefern und leisten zu den im Internet unter www.riag.ch einsehbaren Allgemeinen Lieferbedingungen der Vereinigung Lieferfirmen für Oberflächentechnik VLO (Link „AGB“, Dokument „Allgemeine Lieferbedingungen“, Version 5/2018), die wir Ihnen auf Anforderung auch gerne zusenden.

Auf dieses Geschäft findet das materielle Schweizer Recht (Obligationenrecht) unter Ausschluss des Kollisionsrechts und völkerrechtlicher Verträge, insbesondere des Wiener Kaufrechts, Anwendung.

riag Oberflächentechnik AG
Murgstrasse 19a
CH-9545 Wängi
T +41 (0)52 369 70 70
F +41 (0)52 369 70 79
riag.ch
info@riag.ch

Analysenvorschrift

Nickel

- Sollwert: 6,0 g/L Ni
- benötigte Reagenzien: Na₂EDTA 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 Na₂EDTA bis zum scharf erfolgenden Farbwechsel von gelb nach violett titriert.
- Berechnung: Nickel (g/L) = 1,174 x verbrauchte mL Na₂EDTA 0,1 mol/L

Die beschriebene Analyse soll mind. 2 x täglich erfolgen. Sie dient ebenfalls zur Kontrolle des Durchflussphotometers. Ferner sollte jeder neu angesetzte Elektrolyt so kontrolliert werden.

Natriumhypophosphit

- Sollwert: 20 g/L Natriumhypophosphit Monohydrat
- benötigte Reagenzien: Stärkelösung 1 %
Salzsäure ca. 6 Mol HCl (600 mL/L HCl 32 %)
0,05 Mol Kaliumiodid-iodatlösung KIO₃/KI (oder Jodlösung)
0,1 Mol Natriumthiosulfatlösung Na₂S₂O₃
- 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 KIO₃/KI – mL 0,1 Mol Na₂S₂O₃) x 2,65