riag Oberflächentechnik AG · Postfach 169 · CH-9545 Wängi TG

01.06.2024

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 Abscheidezustand 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/mm²
Verschleissbeständigkeit:	Taber Abraser CS 10: ca. 25 – 35 mg/1000 Umdrehungen
Eigenspannung: (internal stress analyser)	geringe Druckspannungen, am Ende geringe Zugeigenspannungen (< 30 N/mm^2)

Korrosionsbeständigkeit

Die Korrosionsbeständigkeit der Schichten, erfüllt die Stufe 4 der DIN EN ISO 4527 der sehr starken Korrosionsbeanspruchung:

- nach DIN EN ISO 6988 (Kesternich-Test SFW 2,0) > 7 Zyklen
- nach DIN EN ISO 9227 – AASS (Essigsaurer Salzsprühtest): > 480 Stunden

Die Schichten erfüllen den Salpetersäuretest (0,5 min Einwirkzeit HNO_3 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} /°C
Phosphorgehalt (inkl. Legierungselemente): (ICP-OES)	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 8 – 13 µm/h.

DNC 471 wird in 4 flüssigen Konzentraten geliefert:

	DNC x71 Make up (200 g/L Natriumhypophosphit)
	DNC x71 Stabiliser
	DNC 471 Replenisher 1 (120 g/L Nickel)
	DNC 471 Replenisher 2 (648 g/L Natriumhypophosphit)
Zum Neuansatz wird benötigt:	**DNC x71 Make up**
	DNC 471 Replenisher 1
	DNC x71 Stabiliser
	DNC Stabiliser 10 (optional)
	DNC Reducing agent (optional) (810 g/L Natriumhypophosphit)
für den Betrieb:	**DNC 471 Replenisher 1** & **2**
	und verdünnte Ammoniaklösung

Zur pH-Stabilisierung kann dem Elektrolyten beim Make up zusätzlich **DNC Stabiliser 10** zugegeben werden.

Behälter 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 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 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 Replenisher 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	**Konventionell**			**Alternativ**		
Wasser DI (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS)		600	mL/L		600	mL/L
DNC x71 Make up		200	mL/L		200	mL/L
DNC 471 Replenisher 1		42	mL/L		42	mL/L
DNC x71 Stabiliser		1,37	mL/L		1,37	mL/L
DNC Reducing agent		0	mL/L		7,5	mL/L
DNC Stabiliser 10*	0 –	100	mL/L	0 –	100	mL/L

*Kann beim Ansatz zur pH-Stabilisierung zusätzlich zugegeben werden.
Der pH-Wert wird nach dem Make up bei Raumtemperatur mittels konz. Ammoniaklösung eingestellt, danach wird mit Wasser DI auf das finale Volumen aufgefüllt.

Arbeitsweise	**Konventionell**			**Alternativ**		
Arbeitstemperatur	90 –	94	°C	87 –	92	°C
Natriumhypophosphit	36 –	44	g/L	44 –	50	g/L
Abscheidegeschwindigkeit	8 –	12	µm/h	10 –	13	µm/h
pH-Wert (elektrometrisch bei 20 °C)	4,4 –	4,8		4,7 –	5,0	
pH-Wert beim Neuansatz	4,4 –	4,5		4,7 –	4,8	

Zur Ermittlung der optimalen, kundenspezifischen Arbeitsweise kontaktieren Sie gerne unsern Aussendienst.

Regenerierung:	**DNC 471 Replenisher 1**	120 g/L Nickel
	DNC 471 Replenisher 2	648 g/L Natriumhypophosphit
	15 % Ammoniak	600 mL/L Ammoniak 25 %
Dosierverhältnis:	1 : 1 : 0,44 **Repl. 1** : **Repl. 2** : Ammoniak	
Nickelgehalt:	5,0 ± 0,6 g/L	
Literbelastung:	0,2 – 1,0 dm²/L	
Bewegung:	Teilebewegung nützlich, jedoch nicht unbedingt erforderlich	

Make up

Vor Neuansatz bzw. Erstansatz eines **DNC 471** - Elektrolyten 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 eine elektrische Leitfähigkeit von 10 µS nicht übersteigen.

Das zum Make up benötigte Volumen an deionisiertem Wasser (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS) wird vorgelegt. Nach Einschalten des Filterkreislaufes gibt man die **DNC 471** - Make up Chemikalien hinzu. Eine Kontrolle des Ansatzes auf Nickel und Natriumhypophosphit erfolgt vor der optionalen Zugabe von **DNC Reducing agent.** Damit müssen die Elektrolytwerte des Ansatzes "**konventionell**" erreicht werden. Bestehen Abweichungen, so muss mit den **DNC 471** - Make up Chemikalien korrigiert werden. 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.

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.

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.

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, resp. zwischen 87 und 92 °C, Optimum für Start: 87 °C für die Arbeitsweise alternativ. Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNC 471**-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 471 Replenisher 1** ca. 67 dm² á 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 471 Replenisher 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 471 Replenisher 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 Volumina über eine automatische pH-Wert- oder eine Nickelsteuerung vorgenommen werden.

Achtung: Um eine Überstabilisierung zu vermeiden, wird wie folgt regeneriert: Bei Abweichungen von mehr als 2,0 g/L des Hypophosphitgehaltes sollte die fehlende Menge **DNC 471 Replenisher 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 den Sollwert minus 2 g/L mit **DNC 471 Replenisher 2 (0) stabiliser free** ergänzt werden, bevor mit der üblichen **DNC 471 Replenisher 2** auf den Sollwert erhöht wird.

Nach Stillstandszeiten von mehr als 36 h sind dem Elektrolyten 0,11 – 0,22 mL/L **DNC x71 Stabiliser** direkt vor dem erneuten Aufheizen zuzufügen.

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 Replenisher 1.**

Stabilisatorgehalt

Bei verschiedenen Arbeitsweisen mit dem Elektrolyten, sei es aufgrund der Teile (z.B. Gestell oder Trommel), anlagenbedingt (grosse oder kleine Flächen) oder Kundenwunsch (geringe oder hohe Schichtstärke) kann es notwendig sein, den Stabilisatorgehalt zu erhöhen oder zu erniedrigen. Der Stabilisatorgehalt wird auf der Produktetikette mit der Produkt-Bezeichnung (in Klammer in % der häufigsten Verwendung) angezeigt.

DNC XXX Replenisher 2 (70)

Beispiel: Konzentration Stabilisator: 70 % der Normalvariante. Sollte ein Wechsel notwendig sein, so beraten wir gerne.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,4 – 4,8, resp. 4,7 – 5,0. Ein neuangesetzter Elektrolyt wird mit einem pH-Wert von 4,4 – 4,5, resp. 4,7 angefahren. Die Überwachung 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 x71 Make up**, **DNC x71 Stabiliser**, **DNC 471 Replenisher 1** und **2** und des **DNC Stabiliser 10, DNC Reducing agent** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern. Diese Chemikalien 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 x71 Make up**, **DNC x71 Stabiliser**, **DNC 471 Replenisher 1** und **2**, der **DNC Stabiliser 10, DNC Reducing agent** und 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.

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:	5,0 g/L Ni
benötigte Reagenzien:	Na_2EDTA 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 Na_2EDTA bis zum scharf erfolgenden Farbwechsel von gelb nach violett titriert.
Berechnung:	Nickel (g/L) = 1,174 x verbrauchte mL Na_2EDTA 0,1 mol/L

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:	40/46 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 $Na_2S_2O_3$
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 $Na_2S_2O_3$) x 2,65