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

02.11.2020

DURNI-COAT® DNC 520-9-48

Aussenstromlos abscheidendes NiP-Verfahren
für Verschleiss- und Korrosionsbeanspruchungen

DNC 520-9-48 ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von hochglänzenden Nickel-Phosphor-Legierungen, insbesondere für funktionelle Anwendungen. Das Verfahren scheidet phosphorhaltige Schichten mit einem Phosphorgehalt von 8 – 12 % ab und zeichnet sich durch hohe Arbeitstoleranzen aus.

Das Verfahren lässt sich auch ammoniumfrei betreiben.

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:	0,5 – 1,0 %, gemessen an Folien mit der Kalottenmethode
Elastizitätsmodul:	170 to 200 kN/mm²
Verschleissbeständigkeit:	Taber Abraser CS 10: ca. 30 – 40 mg/1000 Umdrehungen
Eigenspannung: (internal stress analyser)	geringe Druckspannungen (20-30 N/mm^2)

Korrosionsbeständigkeit

Die Korrosionsbeständigkeit der Schichten, erfüllt die Stufe 2 – 3 der DIN EN ISO 4527 der mässigen Korrosionsbeanspruchung:

- nach DIN EN ISO 6988 (Kesternich-Test SFW 0,2) > 2 Zyklen
- nach DIN EN ISO 9227 – AASS (Essigsaurer Salzsprühtest): > 200 Stunden

Physikalische Schichteigenschaften

Dichte (bei 10 bis 14 % P):	7,9 bis 8,2 kg/dm³
Schmelzpunkt:	1140 bis 1170 K
Spezifischer el. Widerstand: (4-Spitzenmesstechnik)	ca. 49 µΩcm
Wärmeleitvermögen:	0,04 W/(cm x °C)
Linearer Wärmeausdehnungs-koeffizient:	12 to 13 x 10^{-6} 1/°C
Phosphorgehalt: (chem. Bestimmung mit AAS)	8 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.

DNC 520-9-48 eignet sich für die Beschichtung aller metallischen Werkstoffe. Mit dem **DNC 520-9-48** -Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheidungsgeschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 12 – 20 µm/h.

DNC 520-9-48 wird in 3 flüssigen Konzentraten geliefert:

	DNC 520-9-48 Make up
	DNC 520-9-48 Replenisher 1
	DNC 520-9-48 Replenisher 2
Zum Neuansatz wird benötigt:	**DNC 520-9-48 Make up**
	DNC 520-9-48 Replenisher 1
	DNC Stabiliser 10 (optional)
für den Betrieb:	**DNC 520-9-48 Replenisher 1** & **2**
	und verdünnte Ammoniaklösung bzw. Natriumcarbonatlösung

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

Behälter und Ausrüstung

DNC 520-9-48 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 520-9-48** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNC 520-9-48** - 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:

deionisiertes Wasser	75 Vol.-% (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm)
DNC 520-9-48 Make up	18 Vol.-%
DNC 520-9-48 Replenisher 1	4,2 Vol.-%

Zur pH-Stabilisierung kann beim Ansatz zusätzlich zugegeben werden:

DNC Stabiliser 10	ca. 8 – 10 Vol.-% In diesem Fall sind nur 65 Vol.-% deionisiertes Wasser vorzulegen

Der pH-Wert wird nach dem Make up bei Raumtemperatur mittels konz. Ammoniaklösung chem. rein oder bei ammoniumfreien Betrieb mit Natriumcarbonatlösung chem. rein eingestellt.

Regenerierung:	**DNC 520-9-48 Replenisher 1**	120 g/L Nickel
	DNC 520-9-48 Replenisher 2	648 g/L Natriumhypophosphit
	Ammoniak 15 % oder Natriumcarbonatlösung 75 g/L	600 mL/L Ammoniak 25 % 75 g/L Natriumcarbonat
Dosierverhältnis:	1 : 1 : 0,44 **Repl. 1** : **Repl. 2** : Ammoniak 1 : 1 : 2,4 **Repl. 1** : **Repl. 2** : Natriumcarbonatlösung	
Arbeitstemperatur:	86 – 94 °C	
pH-Wert:	4,6 – 5,4 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch) beim Neuansatz 4,6 – 4,7	
Nickelgehalt:	5,0 ± 0,5 g/L	
Reduktionsmittel:	40 ± 3 g/L Um eine Überstabilisierung zu vermeiden, wird wie folgt regeneriert: Bei einem Reduktionsmittelgehalt < 37 g/L, bis 37 g/L grundsätzlich mit **DNC 520-9-48 Replenisher 2 (0) stabiliser free.** Von 37 g/L bis 40 g/L in der gewohnten Weise mit **DNC 520-9-48 Replenisher 2**.	
Literbelastung:	0,2 – 2,0 dm²/L	
Abscheidegeschwindigkeit:	12 – 20 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)	
Bewegung:	Teilebewegung nützlich, jedoch nicht unbedingt erforderlich	

Make up

Vor Neuansatz bzw. Erstansatz eines **DNC 520-9-48** - Elektrolyten sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 520-9-48** - 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 520-9-48** - Make up Chemikalien hinzu. Nach Aufheizen auf Arbeitstemperatur wird der pH-Wert nochmals kontrolliert.

Arbeitshinweise

Die stromlos zu vernickelnden Teile werden nach sorgfältiger Vorbehandlung einfach in die **DNC 520-9-48** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

Wird im **DNC 520-9-48** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 520-9-48** abzukühlen (t < 40 °C), um eine maximale Lebensdauer (> 9 Metall-turnover) und Stabilität der Lösung zu erreichen. Bei ammoniumfreien Betrieb sind, bedingt durch die höhere Aufsalzung, kaum mehr als 9 MTO erreichbar.

Werden im **DNC 520-9-48** 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 520-9-48** zur Folge. Eine Grenzkonzentration von 50 mg/L Zink darf im **DNC 520-9-48** - Elektrolyten nicht überschritten werden.

Basismaterialien

DNC 520-9-48 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.

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 520-9-48 Replenisher 1** ca. 65 dm² à 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 520-9-48 Replenisher 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 520-9-48 Replenisher 2** und 0,44 Volumenteile Ammoniaklösung 15 % bzw. 2,4 Volumenteile Natriumcarbonatlösung zu ergänzen.

Für den ammoniumfreien Betrieb wird für die Regenerierung ausschliesslich die Verwendung von Natriumcarbonat chem. rein empfohlen. Nicht geeignet ist Natron- bzw. Kalilauge oder Kaliumcarbonat.

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 Volumina 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 520-9-48 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.

Arbeitstemperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt zwischen 86 und 94 °C, Optimum für Start: 88 °C. Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNC 520-9-48**-Lösung während des Aufheizens und Abkühlens ist notwendig, um lokale Überhitzungen zu vermeiden.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,6 – 5,4. Ein neuangesetztes Bad wird mit einem pH-Wert von 4,6 – 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) oder Natriumcarbonatlösung (75 g/L Natriumcarbonat).

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 520-9-48 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 der **DNC 520-9-48 Make up**,
DNC 520-9-48 Replenisher 1 und **2** und des **DNC Stabiliser 10** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak und Natriumcarbonatlösung relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **DNC 520-9-48 Make up**, sowie die **DNC 520-9-48 Replenisher 1** und **2**, der **DNC Stabiliser 10**,die Ammoniaklösung und die Natriumcarbonatlösung 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 520-9-48 Make up**, die **DNC 520-9-48 Replenisher 1** und **2**, der **DNC Stabiliser 10** 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.

Informationspflicht innerhalb der Lieferkette gemäss Art. 33 (1) REACH-VO

Wenn der Grenzwert von 0,1 Masse-% (w/w) eines besonders besorgniserregenden Stoffes (SVHC – Substance of Very High Concern) in einem verbauten Teilerzeugnis überschritten wird, muss dies innerhalb der Lieferkette kommuniziert werden. Im vorliegenden Falle kann in der abgeschiedenen DNC- Beschichtung ein Anteil von mehr als 0,1 Masse-% (w/w) des SVHC-Stoffes Blei enthalten sein (Blei, CAS-Nr. 7439-92-1, EG-Nr. 231-100-4). Durch dieses Dokument kommt die riag Oberflächentechnik AG ihrer Informationspflicht gemäß Artikel 33 (1) REACH-VO, innerhalb der Lieferkette, nach.

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 Durchflussphotometers. Ferner sollte jeder neu angesetzte Elektrolyt so kontrolliert werden.

Natriumhypophosphit

Sollwert:	40 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