

## DURNI-DISP® DNC 520 SiC

**aussenstromlos abscheidendes NiP-Verfahren mit eingelagertem Siliziumcarbid  
zur Erzeugung von Schichten mit hohen Haftreibungswerten**

**DNC 520 SiC** ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von Nickel-Phosphor-Legierungen mit eingelagerten SiC-Partikeln, welches speziell entwickelt wurde zur Abscheidung harter Überzüge mit einer Mischhärte im Abscheidungszustand von 650 HV  $0,02 \pm 100$ .

**DNC 520 SiC** eignet sich für die Beschichtung von metallischen Werkstoffen.

Der Phosphorgehalt der Niederschläge liegt zwischen 9 und 13 %. Die Überzüge besitzen eine hohe Verschleissbeständigkeit, Taber-Abrasertest, Reibrolle CS10:

< 1 mg/ 1000 U min<sup>-1</sup>  
< 8 mg/ 5000 U min<sup>-1</sup>  
<10 mg/ 10000 U min<sup>-1</sup>

Durch eine Wärmebehandlung (12 h, 280 °C, Schutzgasatmosphäre) kann die Härte der NiP – Matrix auf 1.000 HV  $0,02 \pm 50$  gesteigert werden.

Zur gleichmässigen Beschichtung nach dem **DNC 520 SiC** – Verfahren sollten die Werkstücke auf Trommeldrehgestellen befestigt werden. Die Drehgeschwindigkeit sollte 1 U min<sup>-1</sup> betragen. Die Abscheidungsgeschwindigkeit liegt bei einem neu angesetzten Bad bei 10 – 15 µm/h.

**DNC 520 SiC** wird in 5 flüssigen Konzentraten geliefert. **DNC 520 SiC Badansatzlösung** und **DNC 520 SiC Regenerierlösung 1** sowie **DNC SiC Tensid A** und **DNC SiC Tensid B** werden zum Neuansatz benötigt, während **DNC 520 SiC Regenerierlösung 1**, **DNC 520 SiC Regenerierlösung 2** und verdünnter Ammoniak bzw. Natriumcarbonat zum Ergänzen dienen.

## Badbehälter und Ausrüstung

**DNC 520 SiC** kann in bestehenden Anlagen zur chemischen Vernickelung eingesetzt werden, wobei anodisch geschützte Edelstahlwannen als Behältermaterial eingesetzt werden müssen.

Die Beheizung soll mit anodisch geschützten Edelstahldampfschlangen oder elektrischen Tauchbadwärmern (Mantel: Edelstahl) 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

Einmal täglich sollte der **DNC 520 SiC** – Elektrolyt (vorzugsweise zum Arbeitsschluss) über einen Beutelfilter in die Reservewanne gepumpt werden. Es ist zu beachten, dass das gesamte Siliziumcarbid aus der Arbeitswanne entfernt wird.

Um eine optimale Durchmischung der z.B. über eine Tropfdosierung zufließenden **DNC 520 SiC Regenerierlösungen 1** und **2** zu gewährleisten, ist mindestens eine Badumwälzung des 8 – 10 fachen Badvolumens/h notwendig.

Die Tauchkreiselpumpe und alle Rohrleitungen sowie das Filtergehäuse sollten ebenfalls aus Edelstahl gefertigt sein.

## Arbeitsbedingungen

### Badansatz:

destilliertes oder deionisiertes Wasser: 76 Vol.-% (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm)

**DNC 520 SiC Badansatzlösung:** 18 Vol.-% (enthält 222 g/L Natriumhypophosphit)

**DNC 520 SiC Regenerierlösung 1:** 4,2 Vol.-%

Der pH-Wert ist nach dem Badansatz auf Sollwert bei ca. 20 °C mittels konz. Ammoniak chemisch rein (Verbrauch ca. 1,5 L/100 L Bad) oder bei ammoniumfreier Betriebsweise mit Natriumcarbonatlösung (60 – 75 g/L) einzustellen.

Wird nach einem Neuansatz eine Fehlmenge an Natriumhypophosphit bemerkt, so muss diese mittels **DNC 520 SiC Badansatzlösung** ergänzt werden und nicht mit **DNC 520 SiC Regenerierlösung 2**. Nur damit ist ein optimales Verhältnis der Chemikalien gewährleistet.

Nach Einstellung des pH-Wertes werden **DNC SiC Tensid A** (5 mL/100 Liter Elektrolyt) und **DNC SiC Tensid B** (2,5 mL/100 Liter Elektrolyt) addiert. Zuletzt werden 20 g/Liter gereinigtes Siliziumcarbid (siehe Reinigung S.3) zugegeben und auf das Endvolumen aufgefüllt. Nach einer Durchmischungszeit von 20 Minuten ist der Elektrolyt betriebsbereit.

Regenerierung:	<b>DNC 520 SiC Regenerierlösung 1</b> <b>DNC 520 SiC Regenerierlösung 2</b> 15%iges Ammoniak	120 g/L Nickel 648 g/L Natriumhypophosphit 600 mL/L Ammoniak
Dosierverhältnis:	mit Ammoniak mit Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 75 g/L	1 : 1 : 0,44 1 : 1 : 2,4
Arbeitstemperatur:	88 – 92 °C	
pH-Wert:	4,5 – 4,8 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch)	
Nickelgehalt:	5,0 ± 0,5 g/L	
Reduktionsmittel:	40 ± 3 g/L	
<b>Achtung:</b>	Um eine Überstabilisierung zu vermeiden, wird wie folgt regeneriert: Bei einem Reduktionsmittelgehalt < 37 g/L, bis 37 g/L grundsätzlich mit <b>DNC 520 SiC Regenerierlösung 2 stabifrei.</b> Von 37 g/L bis 40 g/L in der gewohnten Weise mit <b>DNC 520 SiC Regenerierlösung 2.</b>	
Literbelastung:	0,5 – 1,0 dm <sup>2</sup> /L	
Abscheidungs- geschwindigkeit:	10 – 15 µm/h (je nach pH-Wert, Temp.)	
Bewegung:	Teilebewegung erforderlich	

## Badansatz

Vor Neuansatz bzw. Erstansatz eines **DNC 520 SiC** – Elektrolyten sind alle Anlagenteile, die mit der **DNC 520 SiC** – Elektrolytlösung in Berührung kommen, mit konzentrierter Salpetersäure zu behandeln. Nach gründlicher Spülung vorgenannter Aggregate mit Wasser und destilliertem Wasser ist die am Filter austretende Wasserqualität zu überprüfen. Sie sollte eine elektrische Leitfähigkeit von 5 µS/cm nicht übersteigen.

Das zum Badansatz benötigte Volumen an destilliertem Wasser wird vorgelegt. Nach Einschalten des Filterkreislaufs gibt man die **DNC 520 SiC** Badansatzchemikalien hinzu und füllt auf das Endvolumen auf. Nach Aufheizen auf Arbeitstemperatur wird der pH-Wert kontrolliert.

## Reinigung des Siliziumcarbids (Mengenangaben für ein Volumen von 100 L Elektrolyt)

Verwendet werden können die Siliziumcarbidgehärtungen der nachfolgend aufgeführten Hersteller:

Firma	Typ	Korngrösse Ø= ds50-Wert	ds90-Wert
H.C.STARCK	UF-05	Ø 1,4 µm	3,8 µm
H.C.STARCK	UF-10	Ø 0,7 µm	1,8 µm
H.C.STARCK	UF-15	Ø 0,55 µm	1,4 µm
ESK-SiC	NF10	Ø 0,9 µm	2,2 µm
ESK-SiC	NF15	Ø 0,7 µm	1,4 µm.

2 kg Siliziumcarbid werden mit 5 – 6 Liter destilliertem oder deionisiertem Wasser (elektrische Leitfähigkeit < 5  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ) und 20 mL **DNC SiC Tensid A** versetzt. Unter Rühren werden vorsichtig 600 mL Schwefelsäure 96 % rein zugegeben und ca. 15 Minuten gerührt. Die Suspension wird nach ca. 1 – 2 Stunden dekantiert, mit destilliertem Wasser (ca. 5 Liter) versetzt, erneut gerührt und dekantiert. Der Waschvorgang wird 2 – 4 mal wiederholt.

## Arbeitshinweise

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

Wird im **DNC 520 SiC** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 520 SiC** abzukühlen ( $t < 40\text{ }^\circ\text{C}$ ), um eine maximale Lebensdauer und Stabilität der Lösung zu erreichen. Die Lebensdauer beträgt 6 – 8 Metallturnover (30 – 40 g/L Ni).

## Basismaterialien

**DNC 520 SiC** kann verwendet werden für die Beschichtung von metallischen Werkstoffen. Die RIAG Oberflächentechnik stellt ihnen gerne die für den Anwendungsfall notwendige Vorbehandlungsvorschrift zur Verfügung.

## Temperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt zwischen 88 und 92  $^\circ\text{C}$ , Optimum für Start: 90  $^\circ\text{C}$ . Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNC 520 SiC** - 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 **DNC 520 SiC Regenerierlösung 1** ca. 75 dm<sup>2</sup> á 25  $\mu\text{m}$  Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 520 SiC Regenerierlösung 1** sind 1,0 Volumenteil **DNC 520 SiC Regenerierlösung 2** und 0,44 Volumenteil verdünnter Ammoniak bzw. 2,4 Volumenteile Natriumcarbonatlösung zu ergänzen.

Es sollte darauf geachtet werden, dass die Lösung nicht mehr als 10% vom Grenzmetallgehalt abweicht. Ergänzungen sollten häufiger und in kleinen Mengen langsam zugesetzt werden oder bei grösseren Badvolumina über z.B. eine Tropfdosierung vorgenommen werden.

Je nach Durchsatz sollte man täglich (morgens und abends) Analysen des Nickelgehaltes und Reduktionsmittelgehaltes durchführen. Ein Metallturnover (MTO) wird erzielt, wenn 5,0 g/L Nickel aus der Lösung abgeschieden wurden; ein Metallturnover wird ebenfalls erzielt nach Verbrauch von 42,0 mL/L **DNC 520 SiC Regenerierlösung 1**.

Bei Badverlusten infolge Umpumpens, Undichtigkeiten oder Fehlmanipulationen muss die verlorene Menge an Elektrolyt eruiert und durch die entsprechende Menge (siehe auch Badansatz) an **DNC 520 SiC Badansatzlösung** und **DNC 520 SiC Regenerierlösung 1** ergänzt werden.

## pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,5 – 4,8. Ein neuangesetztes Bad sollte mit einem pH-Wert von 4,5 – 4,6 angefahren werden. Die Überwachung der Badlösung sollte elektrometrisch erfolgen (gemessen bei  $t = 20\text{ °C}$ ).

## pH-Wert-Korrektur

Zur pH-Senkung verwendet man Schwefelsäure ca. 10 % (60 mL Schwefelsäure 96 % rein/L), zur pH-Erhöhung Ammoniak ca. 15 % (600 mL/L Ammoniak 25 %) oder Natriumcarbonatlösung (60 – 75 g/L).

**Achtung!** Bei ammoniumfreiem Betrieb des Elektrolyten darf eine pH-Wert-Anhebung bei Temperaturen  $>35\text{ °C}$  nur mit Natriumcarbonat erfolgen,  $\text{CO}_2$ – Entwicklung!

## Abwasserbehandlung

**DNC 520 SiC** und seine Spülwässer müssen vor dem Ablassen in die Kanalisation entgiftet und neutralisiert werden. Abwasserbehandlungsmethoden werden bei Bedarf von RIAG mitgeteilt.

## Gefahren- und Sicherheitshinweise

Diese sind den Sicherheitsdatenblättern für **DNC 520 SiC Badansatzlösung** und **DNC 520 SiC Regenerierlösung 1** und **2** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak, Natronlauge und Natriumcarbonatlösung relevanten DIN-Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **DNC 520 SiC Badansatzlösung** sowie die **DNC 520 SiC Regenerierlösungen 1** und **2**, und die Ammoniaklösung bzw. Natriumcarbonatlösung sollten bei Temperaturen von  $10 - 25\text{ °C}$  gelagert werden. Sollte durch zu tiefes Abkühlen einmal etwas auskristallisieren, so müssen die Lösungen auf  $> 20\text{ °C}$  erwärmt werden, wobei Rühren sinnvoll ist.

Die **DNC 520 SiC Badansatzlösung** und die **DNC 520 SiC Regenerierlösungen 1** und **2**, Ammoniak- bzw. Natriumcarbonatlösung 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](http://www.riag.ch) einsehbaren Allgemeinen Lieferbedingungen der Vereinigung Lieferfirmen für Oberflächentechnik VLO (Link „AGB“, Dokument „RIAG Oberflächentechnik AG (Wängi, Schweiz) 53 KB“ Version 1/2014), 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  
Tel. + 41 (0) 52 / 369 70 70  
Fax + 41 (0) 52 / 369 70 79  
[www.riag.ch](http://www.riag.ch)  
[info@riag.ch](mailto:info@riag.ch)

## Analytik – Analysemethoden

Bevor eine Analyse des Elektrolytes durchgeführt werden kann, müssen ca. 20 mL **DNC 520 SiC** Elektrolyt zentrifugiert werden. Die überstehende klare Lösung wird analysiert.

### Analysenvorschrift

#### Nickel

Sollwert: 5,0 g/L Ni

benötigte Reagenzien: Na<sub>2</sub>EDTA 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<sub>2</sub>EDTA bis zum scharf erfolgenden Farbwechsel von gelb nach violett titriert.

Berechnung: Nickel (g/L) = 1,174 x verbrauchte mL Na<sub>2</sub>EDTA 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<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