

25.02.2015

DURNI-COAT® DNC 571-47

Blei- und cadmiumfreies, aussenstromlos abscheidendes NiP-Verfahren für Verschleiss- und Korrosionsbeanspruchungen

DNC 571-47 ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von glänzenden Nickel-Phosphor-Legierungen, insbesondere für funktionelle Anwendungen. Das Verfahren scheidet mittelposphorhaltige Schichten mit einem Phosphor-Legierungsanteil von 7 – 9 % (inkl. Legierungselemente) ab und zeichnet sich durch hohe Arbeitstoleranzen aus. Die daraus erhaltenen Schichten sind vollkommen blei- und cadmiumfrei. Das Verfahren lässt sich auch ammoniumfrei betreiben.

Mechanische Schichteigenschaften

Härte:	im Abscheidenzustand 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/mm ²
Verschleissbeständigkeit:	Taber Abraser CS 10: ca. 25 – 35 mg/1000 Umdrehungen
Eigenspannung: (internal stress analyser)	geringe Druck- bis geringe Zugspannungen

Korrosionsbeständigkeit

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

- nach DIN EN ISO 9227 – NSS (neutraler Salzsprühtest): > 500 Stunden (< 0,3 % korrodierte Fläche)

Physikalische Schichteigenschaften

Dichte (bei 7 bis 9 % P):	8,2 bis 8,4 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 to 13 x 10 ⁻⁶ 1/°C
Phosphorgehalt (inkl. Legierungselemente): (ICP-OES)	7 bis 9 %

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 571-47 eignet sich für die Beschichtung aller metallischen Werkstoffe. Nach dem **DNC 571-47** -Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheidungsgeschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 18 – 25 μm/h.

DNC 571-47 wird in 4 flüssigen Konzentraten geliefert:

DNC 571-47 Badansatzlösung A

DNC 571-47 Badansatzlösung B

DNC 571-47 Regenerierlösung 1

DNC 571-47 Regenerierlösung 2

Zum Neuansatz wird benötigt: **DNC 571-47 Badansatzlösung A**

DNC 571-47 Badansatzlösung B

DNC Stabilisator 10 (optional)

für den Badbetrieb: **DNC 571-47 Regenerierlösung 1 & 2**

und verdünnte Ammoniaklösung bzw. Natriumcarbonatlösung

Zur pH-Stabilisierung kann dem Elektrolyten beim Badansatz zusätzlich **DNC Stabilisator 10** zugegeben werden.

Badbehälter und Ausrüstung

DNC 571-47 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 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 **DNC 571-47** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNC 571-47** - 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 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

Badansatz:

deionisiertes Wasser 60 Vol.-% (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm)

DNC 571-47 Badansatzlösung A 20 Vol.-%

DNC 571-47 Badansatzlösung B 20 Vol.-%

Zur pH-Stabilisierung kann beim Ansatz zusätzlich zugegeben werden:

DNC Stabilisator 10 10 Vol.-%
In diesem Fall sind nur 50 Vol.-% deionisiertes Wasser vorzulegen

Regenerierung:	DNC 571-47 Regenerierlösung 1	120 g/L Nickel
	DNC 571-47 Regenerierlösung 2	604 g/L Natriumhypophosphit
	Ammoniak 15 % oder Natriumcarbonatlösung 75 g/L	600 mL/L Ammoniak 25 % 75 g/L Natriumcarbonat
Dosierverhältnis:	1 : 1 : 0,44 Reg. 1 : Reg. 2 : Ammoniak 1 : 1 : 2,4 Reg. 1 : Reg. 2 : Natriumcarbonatlösung	

Arbeitstemperatur:	88 – 94 °C
pH-Wert:	4,5 – 4,9 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch) beim Neuansatz 4,6 ± 0,1
Nickelgehalt:	5,0 ± 1,0 g/L
Reduktionsmittel:	40 ± 6 g/L

Um eine Überstabilisierung zu vermeiden, wird wie folgt regeneriert: Bei Abweichungen von mehr als 2,0 g/L des Hypophosphitgehaltes (z.B. 37 g/L) sollte die fehlende Menge **DNC 571-47 Regenerierlösung 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 38 g/L mit **DNC 571-47 Regenerierlösung 2 stabifrei** ergänzt werden, bevor mit der üblichen **DNC 571-47 Regenerierlösung 2** auf 40 g/L erhöht wird.

Nach längeren Stillstandszeiten (ab ca. zwei Tagen) sind dem Elektrolyten 0,5 – 1 mL/L **DNC 571-47 Regenerierlösung 2** direkt vor der Wiederinbetriebnahme zuzufügen.

Literbelastung:	0,2 – 1,0 dm ² /L
Abscheidegeschwindigkeit:	18 – 25 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)
Bewegung:	Teilebewegung nützlich, jedoch nicht unbedingt erforderlich

Badansatz

Vor Neuansatz bzw. Erstansatz eines **DNC 571-47** - Bades sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 571-47** - 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 Badansatz benötigte Volumen an deionisiertem Wasser (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm) wird vorgelegt. Nach Einschalten des Filterkreislaufes gibt man die **DNC 571-47** - Badansatzchemikalien 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 571-47** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

Wird im **DNC 571-47** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 571-47** 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 Aufsatzung, kaum mehr als 9 MTO erreichbar.

Werden im **DNC 571-47** 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 571-47** zur Folge. Eine Grenzkonzentration von 50 mg/L Zink darf im **DNC 571-47** - Elektrolyten nicht überschritten werden.

Basismaterialien

DNC 571-47 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 88 und 94 °C, Optimum für Start: 88 °C. Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNC 571-47**-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 571-47 Regenerierlösung 1** ca. 65 – 67 dm² à 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 571-47 Regenerierlösung 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 571-47 Regenerierlösung 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 20 % 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 42 mL/L **DNC 571-47 Regenerierlösung 1**.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,5 – 4,9. Ein neuangesetztes Bad wird mit einem pH-Wert von $4,6 \pm 0,1$ angefahren. Die Überwachung der Badlösung 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 571-47 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 571-47 Badansatzlösungen A und B**, **DNC 571-47 Regenerierlösungen 1 und 2** und des **DNC Stabilisator 10** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak und Natriumcarbonatlösung relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **DNC 571-47 Badansatzlösungen A und B**, die **DNC 571-47 Regenerierlösungen 1 und 2**, der **DNC Stabilisator 10** 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 **DNC 571-47 Badansatzlösungen A und B**, die **DNC 571-47 Regenerierlösungen 1 und 2**, der **DNC Stabilisator 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.

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 „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
info@riag.ch

Analysenvorschrift

Nickel

- Sollwert: 5,0 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: 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 KIO₃/KI (oder Jodlösung)
0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung Na₂S₂O₃
- benötigte Geräte: Pipette, 2 mL
2 Büretten, 50 mL -1/20 Teilung
1 Kippautomat, 20 mL
Erlenmeyerkolben mit eingeschliffenem Glasstopfen (Iodzählkolben)
- 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 KIO₃/KI – mL 0,1 mol/L Na₂S₂O₃) x 2,65