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

01.06.2024

DURNI-COAT® DNC 571

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

DNC 571 ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von hochglänzenden Nickel-Phosphor-Legierungen, insbesondere für funktionelle Anwendungen. Das Verfahren scheidet hochphosphorhaltige Schichten mit einem Phosphor-Legierungsanteil von 9 – 12 % (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 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. 20 – 35 mg/1000 Umdrehungen
Eigenspannung: (internal stress analyser)	geringe Druckspannungen

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 (inkl. Legierungselemente): (ICP-OES)	9 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 571 eignet sich für die Beschichtung aller metallischen Werkstoffe. Mit dem **DNC 571** -Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheide-geschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 10 – 15 µm/h.

DNC 571 wird in 4 flüssigen Konzentraten geliefert:

	DNC x71 Make up
	DNC x71 Stabiliser
	DNC 571 Replenisher 1
	DNC 571 Replenisher 2
Zum Neuansatz wird benötigt:	**DNC x71 Make up**
	DNC 571 Replenisher 1
	DNC x71 Stabiliser
	DNC Stabiliser 10 (optional)
für den Betrieb:	**DNC 571 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 571 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 571** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNC 571** - 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

Make up:

deionisiertes Wasser	700 mL/L	(elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm)
DNC x71 Make up	200 mL/L	(enthält 200 g/L Natriumhypophosphit)
DNC 571 Replenisher 1	42 mL/L	(enthält 120 g/L Nickel)
DNC x71 Stabiliser	1,6 mL/L	(enthält Stabilisator)

Zur pH-Stabilisierung kann beim Ansatz zusätzlich zugegeben werden:

DNC Stabiliser 10	100 mL/L	In diesem Fall sind nur 600 mL/L deionisiertes Wasser vorzulegen

Der pH-Wert wird nach dem Make up bei Raumtemperatur mittels konz. Ammoniaklösung chem. rein oder bei ammoniumfreien Betrieb mit Natriumcarbonatlösung eingestellt, bevor das fehlende Volumen ergänzt wird.

Regenerierung:	**DNC 571 Replenisher 1**	120 g/L Nickel
	DNC 571 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:	4,1 – 4,7 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch) beim Neuansatz 4,2 ± 0,1	
Nickelgehalt:	5,0 ± 1,0 g/L	
Reduktionsmittel:	40 ± 5 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 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 38 g/L mit **DNC 571 Replenisher 2 (0) stabiliser free** ergänzt werden, bevor mit der üblichen **DNC 571 Replenisher 2** auf 40 g/L erhöht wird. Nach längeren Stillstandszeiten (ab ca. 36 Stunden) sind dem Elektrolyten 0,18 – 0,36 mL/L **DNC x71 Stabiliser** direkt vor der Wiederinbetriebnahme zuzufügen.
Literbelastung:	0,2 – 1,0 dm²/L
Abscheidegeschwindigkeit:	10 – 15 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)
Bewegung:	Teilebewegung nützlich, jedoch nicht unbedingt erforderlich

Make up

Vor Neuansatz bzw. Erstansatz eines **DNC 571** - Elektrolyten sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 571** - 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 571** - 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 571** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

Wird im **DNC 571** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 571** abzukühlen (t < 40 °C), um eine maximale Lebensdauer (> 14 Metall-turnover) und Stabilität der Lösung zu erreichen. Bei ammoniumfreien Betrieb sind, bedingt durch die höhere Aufsalzung, kaum mehr als 5 MTO erreichbar.

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

Basismaterialien

DNC 571 kann zur Beschichtung von Aluminium und seinen Legierungen eingesetzt werden.

riag-Oberflächentechnik stellt gerne die für den Anwendungsfall notwendige Vorbehandlungsvorschrift zur Verfügung.

Arbeitstemperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt zwischen 86 und 94 °C, Optimum für Start: 88 °C. Geringere Temperaturen senken die Abscheidegeschwindigkeit. Eine Bewegung der **DNC 571** - Lösung während des Aufheizens und Abkühlens ist notwendig, um lokale Überhitzungen zu vermeiden.

pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,1 – 4,7. Ein neuangesetzter Elektrolyt wird mit einem pH-Wert von 4,2 ± 0,1 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.

Instandhaltung des Elektrolyten

Zur Erzielung einer optimalen Abscheidegeschwindigkeit ist es notwendig, die unter "Arbeitsbedingungen" vorgesehenen Parameter einzuhalten. Unter normalen Arbeitsbedingungen können mit 1 Liter **DNC 571 Replenisher 1** ca. 65 dm² à 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 571 Replenisher 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 571 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 20 % 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 571 Replenisher 1.**

Bei Elektrolytverlusten infolge Umpumpens, Undichtigkeiten oder Fehlmanipulationen muss die verlorene Menge an Elektrolyt eruiert und durch die entsprechenden Mengen (siehe auch Make up) an **DNC x71 Make up, DNC 571 Replenisher 1 und 2** ergänzt werden.

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.

Abwasserbehandlung

DNC 571 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 x71 Make up**, **DNC x71 Stabiliser, DNC 571 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 x71 Make up** und die **DNC 571 Replenisher 1** und **2**, **DNC x71 Stabiliser,** sowie **DNC Stabiliser 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.

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