

# DURNI-COAT® DURNI-DISP 571 SiC

**Blei- und cadmiumfreies, aussenstromlos abscheidendes NiP-Verfahren mit eingelagertem Siliziumcarbid zur Erzeugung von Schichten mit hohen Haftreibwerten**

**DNC 571 SiC** ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von SiC-Dispersionsschichten bleifreier Nickel-Phosphor-Legierungen. Bedingt durch die eingelagerten SiC-Partikel erreicht dieses Schichtsystem eine hervorragende abrasive Verschleissfestigkeit von nur 5 – 8 mg/10 000 Umdrehungen Abrieb bei der Prüfung mit dem Taber Abraser (CS 17 Scheibe). Das Verfahren scheidet hochphosphorhaltige Schichten mit einem Phosphor-Legierungsanteil von 9 – 12 % (inkl. Legierungselemente) ab und enthält 20 – 25 Vol.% SiC (= 9 Gew. %). Das Verfahren zeichnet sich durch hohe Arbeitstoleranzen aus. Die daraus erhaltenen Schichten sind vollkommen blei- und cadmiumfrei.

## Tribologische Schichteigenschaften

Härte:	im Abscheidenzustand eine Mischhärte von 700 HV 0,05 ± 50 Durch eine Wärmebehandlung (1 h, 400 °C) kann die Härte auf 1000 HV 0,05 ± 50 gesteigert werden
Verschleissbeständigkeit:	Taber Abraser CS 17: 5 – 8 mg/10'000 Umdrehungen

## Physikalische Schichteigenschaften

Dichte (bei 9 bis 12 % P):	7,9 bis 8,2 kg/dm <sup>3</sup>
Schmelzpunkt:	1140 bis 1170 K
Wärmeleitvermögen:	0,04 W/(cm x °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.

Die Abscheidungsgeschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 11 – 15 µm/h.

**DNC 571 SiC** wird neben den notwendigen SiC-Zusätzen in 4 flüssigen Konzentraten geliefert:

**DNC x71 Make up**  
**DNC x71 Stabiliser**  
**DNC 571 SiC Replenisher 1**  
**DNC 571 SiC Replenisher 2**

Zum Neuansatz wird benötigt: **DNC x71 Make up**  
**DNC 571 SiC Replenisher 1**  
**DNC x71 Stabiliser**  
**Stabiliser 10 (optional)**

für den Betrieb des Elektrolyten: **DNC 571 SiC Replenisher 1 & 2**  
und verdünnte Ammoniaklösung

Zur pH-Stabilisierung kann dem Elektrolyten beim Ansatz zusätzlich **Stabiliser 10** zugegeben werden.

### Behälter und Ausrüstung

Für die gleichmässige Kornverteilung in der Schicht sind speziell konzipierte Anlagen mit entsprechender Umwälzung und Elektrolytführung erforderlich. Es kommen anodisch geschützte Edelstahlwannen zum Einsatz.

Die Beheizung erfolgt mit anodisch geschützten Edelstahldampfschlangen oder elektrischen Tauchbadwärmern (Mantel: Edelstahl anodisch geschützt).

Eine Absaugvorrichtung ist zur Entfernung von Sprühnebeln oder Dämpfen notwendig. Während Betriebsstillstandzeiten sollte 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.

### Reinigung des SiC Pulvers

1 kg Siliziumcarbid wird in 4 L deionisiertes Wasser gegeben und gerührt. Unter Rühren werden 600 mL konzentrierte Schwefelsäure und 20 mL **DNC SiC Tensid A** zugegeben. Für 5 Minuten wird weiterhin gründlich gerührt. Danach lässt man das Korn für ca. eine Stunde absetzen. Anschliessend wird vorsichtig dekantiert. Man gibt erneut 3 L deionisiertes Wasser zu, und rührt dies erneut auf. Der Waschvorgang wird dreimal wiederholt. Danach ist das Korn einsatzbereit. Das SiC Korn kann auch auf Vorrat gereinigt werden.

### Arbeitsbedingungen

#### Make up:

deionisiertes Wasser	700 mL/L (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm)
<b>DNC x71 Make up</b>	200 mL/L (enthält 200 g/L Natriumhypophosphit)
<b>DNC 571 SiC Replenisher 1</b>	42 mL/L (enthält 120 g/L Nickel)
<b>DNC x71 Stabiliser</b>	7,0 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 Ansatz bei Raumtemperatur mittels konz. Ammoniaklösung chem. rein eingestellt.

### Zugabe Siliziumcarbid

Nach Einstellung des pH-Wertes werden zugegeben:

**DNC SiC Tenside A** 0,05 mL/L

**DNC SiC Tenside B** 0,025 mL/L

**DNC Siliciumcarbid**,  
gereinigt  
mittlere Korngrösse 1 µm 10 g/L

Regenerierung: **DNC 571 SiC Replenisher 1** 120 g/L Nickel  
**DNC 571 SiC Replenisher 2** 648 g/L Natriumhypophosphit  
15 % Ammoniak 600 mL/L 25 % Ammoniak

Dosierverhältnis: 1 : 1 : 0,44 **Reg. 1 : Reg. 2** : Ammoniak

Arbeitstemperatur: 88 – 94 °C

pH-Wert: 4,2 – 4,7 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch)  
beim Neuansatz 4,3 ± 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 Natriumhypophosphitgehaltes (z.B. 37 g/L) sollte die fehlende Menge **DNC 571 SiC 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 SiC Replenisher 2 (0) stabiliser free** ergänzt werden, bevor mit der üblichen **DNC 571 SiC Replenisher 2** auf 40 g/L erhöht wird.

Nach längeren Stillstandszeiten (ab ca. zwei Tagen) sind dem Elektrolyten 0,12 – 0,24 mL/L **DNC x71 Stabiliser** direkt vor der Wiederinbetriebnahme zuzufügen.

Literbelastung: 0,2 – 0,8 dm<sup>2</sup>/L

Abscheidegeschwindigkeit: 11 – 15 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)

Bewegung: Teilebewegung mittels Drehgestell

### 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 SiC** -Lösung während des Aufheizens und Abkühlens ist notwendig, um lokale Überhitzungen zu vermeiden.

## Make up

Vor Neuansatz bzw. Erstanatz eines **DNC 571 SiC** Elektrolyten sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 571 SiC**- Elektrolytlösung in Berührung kommen, mit Salpetersäure von eventuell anhaftendem Nickel zu befreien. Danach werden mit nickelfreier Salpetersäure (Passivierungssäure: Säurekonzentration > 40 % und Nickelgehalt < 1 g/L Nickel) die Anlage und Anlagenteile passiviert. Nach gründlicher Spülung vorgenannter Aggregate mit Wasser und deionisiertem Wasser ist die an der Kreislaufpumpe austretende Wasserqualität zu überprüfen. Sie sollte eine elektrische Leitfähigkeit von 10 µS/cm nicht übersteigen.

Das zum Ansatz benötigte Volumen an destilliertem Wasser (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm) wird vorgelegt. Nach Einschalten der Kreislaufpumpe gibt man die **DNC 571 SiC** Ansatzchemikalien hinzu. Nach Voreinstellung des pH-Wertes werden dann die entsprechenden Tenside und dann das gereinigte SiC-Pulver zugegeben und auf das Endvolumen aufgefüllt. 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 SiC** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

Wird im **DNC 571 SiC** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 571 SiC** abzukühlen ( $t < 40$  °C), um eine maximale Lebensdauer (> 7 Metall-turnover) und Stabilität der Lösung zu erreichen.

Werden im **DNC 571 SiC** ausschliesslich Aluminiumwerkstoffe beschichtet, so ist die Lebensdauer des Elektrolyten abhängig von der Aufkonzentrierung des Abbauproduktes Orthophosphit, und den Zinkverunreinigungen. Knetlegierungen, lassen sich bis max. 4 MTO beschichten. Um gut haftende Chemisch-Nickelüberzüge abzuscheiden, ist eine Vorbehandlung nach dem Zinkatverfahren erforderlich.

Dies hat eine Verschleppung von Zinkionen ins **DNC 571 SiC** zur Folge. Eine Grenzkonzentration von 50 mg/L Zink darf im **DNC 571 SiC** - Elektrolyten nicht überschritten werden.

## Basismaterialien

**DNC 571 SiC** 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. Für eine Volumeneinheit **DNC 571 SiC Replenisher 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 571 SiC Replenisher 2** und 0,44 Volumenteile Ammoniaklösung 15 % zu ergänzen.

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 SiC 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 SiC 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.

## pH-Wert

Der pH-Arbeitsbereich liegt bei 4,2 – 4,7. Ein neuangesetzter Elektrolyt wird mit einem pH-Wert von  $4,3 \pm 0,1$  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).

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 SiC** 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 **DNC x71 Make up, DNC x71 Stabiliser, DNC 571 SiC Replenisher 1 und 2** und des **Stabiliser 10** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak und Schwefelsäure relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

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

Das **DNC x71 Make up**, die **DNC 571 SiC Replenisher 1 und 2, DNC x71 Stabiliser**, der **Stabiliser 10** und die 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.

## Sicherheitshinweise

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](http://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<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 HCl (600 mL/L HCl 32 %)  
0,05 Mol Kaliumiodid-iodatlösung KIO<sub>3</sub>/KI (oder Jodlösung)  
0,1 Mol 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 KIO<sub>3</sub>/KI – mL 0,1 Mol Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) x 2,65