

27.04.2017

## DURNI-COAT<sup>®</sup> DNC 771

### aussenstromlos abscheidender bleifreier Nickelelektrolyt für erhöhte Verschleissbeanspruchungen

**DNC 771** ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von glänzenden Nickel-Phosphor-Legierungen, insbesondere für funktionelle Anwendungen. Das Verfahren scheidet niederphosphorhaltige Schichten mit einem Phosphor-Legierungsanteil von 3 – 6 % (inkl. Legierungselemente) ab mit einer hohen Härte im Abscheidungszustand und hoher Verschleissbeständigkeit. Die daraus erhaltenen Schichten sind vollkommen blei- und cadmiumfrei.

#### Mechanische Schichteigenschaften

Härte:	im Abscheidungszustand 680 ( $\pm$ 50) HV <sub>0.05</sub>
Dehnung:	< 0,5 %, gemessen an Folien mit der Kalottenmethode
Elastizitätsmodul:	170 bis 200 kN/mm <sup>2</sup>
Verschleissbeständigkeit:	Taber Abraser CS 10: < 20 mg/1000 Umdrehungen nach Tempem: < 14 mg/1000 Umdrehungen
Eigenspannung: (internal stress analyser)	geringe Druckspannungen

#### Korrosionsbeständigkeit

Mit dem **DNC 771** abgeschiedene Schichten liefern folgende Korrosionsprüfwerte (< 4 % korrodierte Fläche) bei einer Schichtdicke von 40  $\mu$ m:

- nach DIN EN ISO 6988 (Kesternich-Test SFW 0,2)  $\geq$  3 Zyklen
- nach DIN EN ISO 9227 - AASS (Essigsaurer Salzsprühtest):  $\geq$  96 Stunden
- nach DIN EN ISO 9227 - NSS (Neutraler Salzsprühtest): > 500 Stunden

## Physikalische Schichteigenschaften

Dichte (bei 3 bis 6 % P):	8,5 ± 0,2 kg/dm <sup>3</sup>
Schmelzpunkt:	ca. 1500 K
Spezifischer el. Widerstand: (4-Spitzenmesstechnik)	ca. 49 µΩcm
Wärmeleitvermögen:	0,04 W/(cm x °C)
Linearer Wärmeausdehnungs-koeffizient:	12 – 13 x 10 <sup>-6</sup> 1/°C
Phosphorgehalt (inkl. Legierungselemente): (ICP-OES)	3 bis 6 %
Magnetisches Verhalten:	schwach magnetisch

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 771** eignet sich für die Beschichtung von vielen metallischen Werkstoffen. Mit dem **DNC 771** - Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheidengeschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 15 – 20 µm/h.

**DNC 771** wird in 3 flüssigen Konzentraten geliefert:

**DNC 771 Make up**

**DNC 771 Replenisher 1**

**DNC 771 Replenisher 2**

zum Neuansatz wird benötigt:

**DNC 771 Make up**

**DNC 771 Replenisher 1**

für den Betrieb:

**DNC 771 Replenisher 1 & 2**

und verdünnte Ammoniaklösung

## Behälter und Ausrüstung

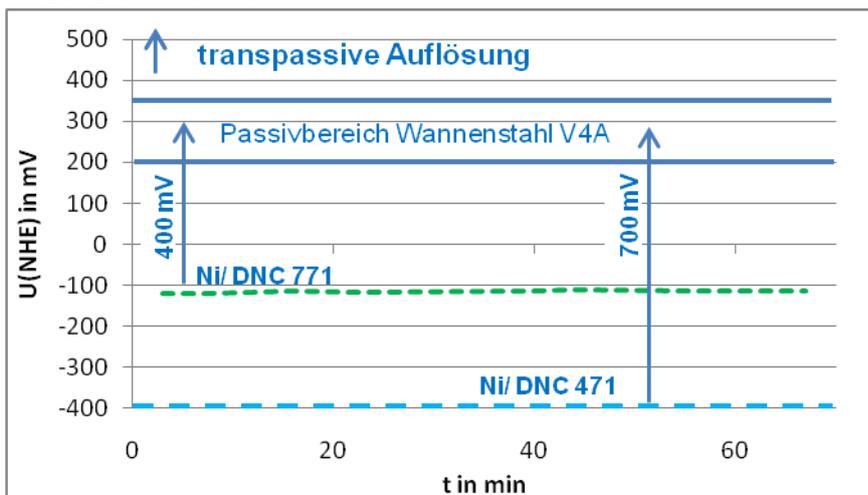
**DNC 771** kann in bestehenden Anlagen zur chemischen Vernickelung eingesetzt werden, wobei wärmebeständige Kunststoffe (95 °C) oder anodisch geschützte Edelstahlwannen als Behältermaterial eingesetzt werden müssen.

Die Beheizung soll mit PTFE-bzw. Edelstahldampfschlangen oder elektrischen Tauchbadwärmern (Mantel: Edelstahl anod. 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.

## Anodischer Wannenschutz für Edelstahlwannen

Zum Schutz vor Fremdvernickelung werden Edelstahlwannen durch ein anodisches Potential geschützt. Dies erfolgt über sogenannte Protektostaten. Beim **DNC 771** sollte dieses Schutzpotential (wird zwischen Kathodenstab und Wanne angelegt) bei 350 – 400 mV liegen. Das Abscheidepotential von **DNC 771** liegt bei -100 mV, vgl. grüne Messlinie im Diagramm, die hellblaue Messlinie zeigt im Vergleich das Abscheidepotential von **DNC 471**.



## Filtration und Bewegung

Eine kontinuierliche Filtration der **DNC 771** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNC 771** - 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 75 Vol.-% (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm)

**DNC 771 Make up** 20 Vol.-%

**DNC 771 Replenisher 1** 4,2 Vol.-%

Regenerierung:	<b>DNC 771 Replenisher 1</b>	120 g/L Nickel
	<b>DNC 771 Replenisher 2</b>	540 g/L Natriumhypophosphit
	15 % Ammoniak	600 mL/L 25 % Ammoniak

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

Arbeitstemperatur: 85 – 90 °C

pH-Wert: 5,1 ± 0,1 (gemessen bei Arbeitstemperatur, elektrometrisch)

Nickelgehalt: 5,0 ± 1,0 g/L

Reduktionsmittel: 18 ± 2 g/L

Um eine Überstabilisierung zu vermeiden, wird wie folgt regeneriert: Bei Abweichungen von mehr als 2,0 g/L des Natriumhypophosphitgehaltes (z.B. 15 g/L) sollte die fehlende Menge **DNC 771 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 16 g/L mit **DNC 771 Replenisher 2 (0) stabiliser free** ergänzt werden, bevor mit der üblichen **DNC 771 Replenisher 2** auf 18 g/L erhöht wird.

Nach längeren Stillstandszeiten (ab ca. zwei Tagen) sind dem Elektrolyten 1 – 2 mL/L **DNC 771 Replenisher 2** direkt vor der Wiederinbetriebnahme zuzufügen.

Literbelastung:	0,2 – 1,0 dm <sup>2</sup> /L
Abscheidegeschwindigkeit:	15 – 20 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)
Bewegung:	Teilebewegung nützlich

## Make up

Vor Neuansatz bzw. Erstanatz eines **DNC 771** - Elektrolyten sind alle Anlagenteile, die mit **DNC 771** - 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 771** - Make up Chemikalien hinzu. Nach Aufheizen auf Arbeitstemperatur wird der pH-Wert nochmals kontrolliert.

Beim Make up ist ein Mindestgehalt von 18 g/L Hypophosphit mit **DNC 771 Make up** einzustellen. Es darf hierzu keine **DNC 771 Replenisher 2** verwendet werden.

## Arbeitstemperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt zwischen 85 und 90 °C, Optimum für Start: 88 °C für die erste Charge. Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNC 771**-Lösung während des Aufheizens und Abkühlens ist notwendig, um lokale Überhitzungen zu vermeiden.

## Arbeitshinweise

Die stromlos zu vernickelnden Teile werden nach sorgfältiger Vorbehandlung einfach in die **DNC 771** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist.

Wird im **DNC 771** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNC 771** abzukühlen (t < 40 °C), um eine maximale Lebensdauer (> 9 metal-turnover) und Stabilität der Lösung zu erreichen.

Werden im **DNC 771** 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 abzuschneiden, ist eine Vorbehandlung nach dem Zinkatverfahren erforderlich. Dies hat eine Verschleppung von Zinkionen ins **DNC 771** zur Folge. Eine Grenzkonzentration von 50 mg/L Zink darf im **DNC 771** - Elektrolyten nicht überschritten werden.

## Basismaterialien

**DNC 771** 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 771 Replenisher 1** ca. 62 dm<sup>2</sup> à 25 µm Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNC 771 Replenisher 1** sind 1,0 Volumenteile **DNC 771 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 771 Replenisher 1**.

**Bei Elektrolytverlusten (Leckagen der Wanne, Verluste beim Umpumpen etc.) ist die Fehlmenge an Natriumhypophosphit durch Make up und keinesfalls mit DNC 771 Repl. 2 zu ergänzen.**

## 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  $5,1 \pm 0,1$  gemessen bei Arbeitstemperatur bzw.  $5,0 \pm 0,1$  bei Raumtemperatur. Die Überwachung erfolgt elektrometrisch.

## 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 771** 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 771 Make up**, und **DNC 771 Replenisher 1** und **2** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak und Schwefelsäure relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **DNC 771 Make up** sowie die **DNC 771 Replenisher 1** und **2** 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 771 Make up**, die **DNC 771 Replenisher 1** und **2** und die Ammoniak-lösung 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 „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 Durchfluss-photometers. Ferner sollte jeder neu angesetzte Elektrolyt so kontrolliert werden.

### Natriumhypophosphit

Sollwert:	18 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 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