

02.11.2020

## DURNI-COAT® DNM-4

### Aussenstromlos abscheidendes halbgläzendes NiP-Verfahren zur Magnesium-Beschichtung für erhöhte Verschleissbeanspruchungen

**DNM-4** ist ein Verfahren zur aussenstromlosen Abscheidung von Nickel-Phosphor-Legierungen, welches speziell entwickelt wurde zur Abscheidung metallisch halbglänzender Überzüge auf Magnesiumlegierungen.

Das Verfahren scheidet niederphosphorhaltige Schichten mit einem Phosphorgehalt von 5 – 8 % ab. Mit dem **DNM-4** -Verfahren kann sowohl Gestell- als auch Trommelware behandelt werden. Die Abscheidungsgeschwindigkeit liegt bei Einhaltung der zulässigen Arbeitstoleranzen bei 13 – 16 µm/h.

**DNM-4** wird in 3 flüssigen Konzentraten geliefert:

**DNM-4 Make up**

**DNM-4 Replenisher 1**

**DNM-4 Replenisher 2**

**Zum Neuansatz wird benötigt:**

**DNM-4 Make up**

**DNM-4 Replenisher 1**

**DNM-4 Aktivatorsalz**

**für den Betrieb des Elektrolyten:**

**DNM-4 Replenisher 1 & 2**

**und verdünnte oder konzentrierte Ammoniaklösung**

### Behälter und Ausrüstung

**DNM-4** 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.

## Filtration und Bewegung

Eine kontinuierliche Filtration der **DNM-4** - Elektrolyte während des Arbeitens ist hilfreich zur Abscheidung optimaler Niederschläge. Die Teile der Filteranlage, die mit dem **DNM-4** - 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 Bewegung des Elektrolyten eingesetzt wird. Um bei kontinuierlicher Arbeitsweise eine optimale Durchmischung des Elektrolyten und der zufließenden Regenerierlösungen zu gewährleisten, ist mindestens eine Badumwälzung vom 15 – 20 fachen Badvolumen/h empfohlen. Als Filter sind 3 µm Filter (Kerzen) aus Polypropylen bei kontinuierlicher Arbeitsweise, 1 µm bei diskontinuierlicher Arbeitsweise zu verwenden.

## Arbeitsbedingungen

### Make up:

deionisiertes Wasser	80 Vol.-% (elektrische Leitfähigkeit < 5 µS/cm)
<b>DNM-4 Make up</b>	10 Vol.-%
<b>DNM-4 Replenisher 1</b>	5 Vol.-%
Ammoniaklösung	bis pH 10
<b>DNM-4 Aktivatorsalz</b>	15 g/L (vorgelöst in ca. 10 Vol.-% DI Wasser)

Regenerierung:	<b>DNM-4 Replenisher 1</b>	100 g/L Nickel
	<b>DNM-4 Replenisher 2</b>	648 g/L Natriumhypophosphit 360 mg/L Stabilisator
	konz. Ammoniak	25 % Ammoniak

Dosierverhältnis: 1 : 0,733      Reg. 1 : Reg. 2

Arbeitstemperatur: 86 – 94 °C

pH-Wert: 8,0 ± 0,2 (gemessen bei 20 °C, elektrometrisch),  
entspricht ca. pH 7,0 ± 0,2 bei 90 °C

Nickelgehalt: 5,0 ± 0,5 g/L

Reduktionsmittel: 18 ± 3 g/L

Stabilisatorgehalt 2,7 mg/L (2 – 4 mg/L)

Literbelastung: 0,2 – 1,2 dm<sup>2</sup>/L

Abscheidegeschwindigkeit: 13 – 16 µm/h (abhängig von pH-Wert, Temperatur)

Bewegung: Teilebewegung nützlich

## Make up

Vor Neuansatz bzw. Erstanatz eines **DNM-4** - Elektrolyten sind alle Anlagenteile, die mit **DNM-4** - 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 einen Leitwert von 5  $\mu\text{S}/\text{cm}$  nicht übersteigen. Das zum Ansatz benötigte Volumen an deionisiertem Wasser (elektrische Leitfähigkeit  $< 5 \mu\text{S}/\text{cm}$ ) wird vorgelegt. Nach Einschalten des Filterkreislaufes gibt man die **DNM-4** - Ansatzchemikalien in der oben genannten Reihenfolge hinzu und füllt auf das Endvolumen auf. Nach Aufheizen auf Arbeitstemperatur wird der pH-Wert nochmals kontrolliert.

## Arbeitshinweise

Die stromlos zu vernickelnden Teile werden nach sorgfältiger Vorbehandlung einfach in die **DNM-4** - Lösung solange eingetaucht, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist. Wird im **DNM-4** nicht gearbeitet, so ist es sinnvoll, das **DNM-4** abzukühlen ( $t < 40 \text{ }^\circ\text{C}$ ), um eine maximale Lebensdauer (6 – 8 Metall-turnover) und Stabilität der Lösung zu erreichen.

## Basismaterialien

**DNM-4** ist ein speziell entwickelter Elektrolyt zur Beschichtung von Magnesium-Legierungen. Als mechanische Vorbehandlung sind möglich: Schleifen, Strahlen mit Korund oder Glasperlen. Beim Strahlgut ist sicher zustellen, dass damit nur Magnesium gestrahlt wird. Die zu beschichtenden Basismaterialien müssen frei sein von:

Chromatierungen, temporären Korrosionsschichten, Trenn-, Schleifmitteln, Ölen sowie silikonhaltigen Bearbeitungshilfsstoffen jedweder Art.

Eine Schichtdicke vom mind. 4  $\mu\text{m}$  ist eine Grundlage zur Abscheidung weiterer galvanischer Schichtsysteme. Vor dem Aufbringen weiterer galvanischer Schichten ist eine Wärmebehandlung erforderlich. Als optimal ermittelt wurde eine Temperatur von 180  $^\circ\text{C}$  und eine Behandlungszeit von 30 Minuten.

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

## Arbeitstemperatur

Die normale Arbeitstemperatur liegt zwischen 86 und 94  $^\circ\text{C}$ , Optimum für Start: 90  $^\circ\text{C}$ . Geringere Temperaturen senken die Abscheidungsrate. Eine Bewegung der **DNM-4**-Lösung während des Aufheizens und Abkühlens ist notwendig, um lokale Überhitzungen zu vermeiden.

## Instandhaltung des Elektrolyten

Zur Erzielung einer optimalen Abscheidungsgeschwindigkeit ist es notwendig, die unter "Arbeitsbedingungen" vorgesehenen Parameter einzuhalten. Unter normalen Arbeitsbedingungen können mit 1 Liter **DNM-4 Replenisher 1** ca. 50  $\text{dm}^2$  à 25  $\mu\text{m}$  Schichtdicke beschichtet werden. Für eine Volumeneinheit **DNM-4 Replenisher 1** sind 0,73 Volumenteile **DNM-4 Replenisher 2** und konzentrierte Ammoniaklösung zu ergänzen.

Es sollte darauf geachtet werden, dass die Lösung nicht mehr als 10 % 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 50 mL/L **DNM-4 Replenisher 1**.

## 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 7,8 – 8,2 gemessen bei 20 °C, Optimum 8,0 bzw. 6,8 – 7,2 bei 90 °C. Die Überwachung des Elektrolyten erfolgt elektrometrisch.

Zur pH-Senkung verwendet man Schwefelsäure ca. 10 % (60 mL/L konzentrierte Schwefelsäure p.a.), zur pH-Erhöhung Ammoniak ca. 25 %.

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

**DNM-4** 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 **DNM-4 Make up**, und **DNM-4 Replenisher 1** und **2** zu entnehmen. Die für den Umgang mit Ammoniak relevanten Sicherheitsdatenblätter sind beim jeweiligen Lieferanten anzufordern.

Die **DNM-4 Make up** sowie die **DNM-4 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 **DNM-4 Make up**, die **DNM-4 Replensihier 1** und **2** 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.

Bitte beachten Sie das Sicherheitsdatenblatt und die allgemeinen Anweisungen für den Umgang mit Chemikalien. Chemikalien dürfen nicht unter 10°C gelagert werden.

## **Informationspflicht innerhalb der Lieferkette gemäss Art. 33 (1) REACH-VO**

Wenn der Grenzwert von 0,1 Masse-% (w/w) eines besonders besorgniserregenden Stoffes (SVHC – Substance of Very High Concern) in einem verbauten Teilerzeugnis überschritten wird, muss dies innerhalb der Lieferkette kommuniziert werden. Im vorliegenden Falle kann in der abgeschiedenen DNC- Beschichtung ein Anteil von mehr als 0,1 Masse-% (w/w) des SVHC-Stoffes Blei enthalten sein (Blei, CAS-Nr. 7439-92-1, EG-Nr. 231-100-4). Durch dieses Dokument kommt die riag Oberflächentechnik AG ihrer Informationspflicht gemäß Artikel 33 (1) REACH-VO, innerhalb der Lieferkette, nach.

## **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 0,1 mol/L 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 (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 (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 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