

04.07.2013

DURNI-COAT[®] 571-11-47

**Procédé de nickelage chimique sans plomb,
pour une bonne résistance à l'usure et à la corrosion**

Fiche technique

DNC 571-11-47 est un nouveau procédé de déposition nickel chimique. Il s'agit d'un alliage de nickel et de phosphore hautement brillant, en particulier pour des applications fonctionnelles. Le procédé dépose des couches avec une teneur en phosphore de 6 – 9 % et se distingue par de hautes tolérances de travail. De part le changement de la valeur du pH on peut également obtenir à partir du même bain des couches ayant une teneur plus élevée en phosphore de 9 %.

Les couches obtenues sont exemptes de plomb et de cadmium. Le procédé peut également être utilisé sans ammoniac en ne produit pas des taches brunes après les rinçages. La résistance contre les pollutions du zinc lors des traitements de l'ALU avec le zincat est très bonne, ceci va élever la durée de la vie du processus.

Propriétés mécaniques du dépôt

Dureté:	À l'état de déposition on atteint 570 Vickers 0,05 ± 50 Par un traitement thermique (1 h, 400 °C), on peut augmenter la dureté jusqu'à 1.000 Vickers 0,05 ± 50
Allongement:	0,5 – 1,0 %, mesuré sur feuilles avec la méthode de la calotte
Le module d'élasticité:	170 jusqu'à 200 kN/mm ²
La résistance à l'usure:	Abrasimètre de Taber CS 10 : environ 25 – 40 mg/1000 tours
Contraintes de compression: (<i>Internal stress analyser</i>)	peu de contraintes

Résistance à la corrosion

La résistance à la corrosion des couches atteint 2 sur l'échelle de la norme DIN 50 966 d'une résistance à la corrosion modérée:

D'après DIN 50018 tests Kesternich SFW 0,2 > 2 cycles

D'après DIN 50021 brouillard salin à l'acide acétique : > 96 heures

Propriétés physiques du dépôt

Densité (de 6 jusqu'à 9 % P):	8,2 à 8,4 kg/dm ³
Point de fusion:	1140 à 1170 K
Résistance électrique spécifique:	environ 49 μ cm (4 pointes de mesures)
Conductibilité calorifique:	0,04 W / (cm x °C)
Coefficient de dilatation linéaire:	12 à 13 x 10 ⁻⁶ 1/°C
Teneur en phosphore: (Analysé avec l'absorption atomique)	6 à 9 %

Toutes les valeurs techniques mentionnées sont valables sous conditions de tests indiqués ici. Nous attirons expressément l'attention sur le fait que, étant données les différentes applications entrant en ligne de compte, seul un test effectué chez l'utilisateur donne des résultats représentatifs sur l'aptitude des couches ou des systèmes de couches à satisfaire les exigences.

Conditions de travail

DNC 571-11-47 se prête pour le revêtement de tous les matériaux métalliques. Avec le procédé **DNC 571-11-47** il est possible de traiter les pièces non seulement à l'accroche mais également en tonneau. La vitesse de déposition, en respectant les paramètres de travail, est de 18 – 25 μ m/h.

Le procédé de nickelage **DNC 571-11-47** est livré sous forme de 4 concentrés liquides

- DNC 571-11-47 solution de démarrage A**
- DNC 571-11-47 solution de démarrage B**
- DNC 571-11-47 solution de régénération 1**
- DNC 571-11-47 solution de régénération 2**

Pour la préparation d'un nouveau bain on utilise la **DNC 571-11-47 solution de démarrage A** et **DNC 571-11-47 solution de démarrage B**.

Pour l'exploitation on régénère le bain avec les **solutions DNC 571-11-47 régénération 1** et **régénération 2**. Ainsi que de l'ammoniaque dilué ou de la solution de carbonate de sodium. Pour l'amélioration de la stabilisation du pH on peut également ajouter à la préparation du bain neuf le **stabilisateur 10**.

Cuve du bain et équipement

Le procédé **DNC 571-11-47** peut être utilisé dans des installations existantes pour le nickelage chimique. Toutefois il est nécessaire d'utiliser des cuves plastiques résistantes à la chaleur (95 °C) ou des cuves en acier inoxydable à protection anodique.

Le chauffage peut se faire avec de la vapeur dans des serpentins en PTFE ou en acier inoxydable ou avec des corps de chauffe électrique en acier inox ou PTFE.

Un canal d'aspiration servant à aspirer les vapeurs s'impose. Pendant les arrêts de production le bain doit être fermé par un couvercle, afin d'éviter les pertes par évaporation ou l'entraînement d'impureté de l'environnement extérieur.

Filtration et agitation du bain

Une filtration continue de l'électrolyte **DNC 571-11-47** pendant le travail contribue à une déposition optimale de la couche. Les parties de l'installation de filtration en contact avec l'électrolyte **DNC 571-11-47** doivent être en matière résistante aux produits chimiques et à la chaleur. L'installation de filtration doit être constituée d'une pompe centrifuge plongeante avec un filtre en amont, cette pompe étant également utilisée pour l'agitation du bain. Afin de garantir un mélange optimal du bain pendant l'addition des solutions de régénération, on conseille au moins l'échange de 10 – 14 fois le volume du bain/h. Comme filtre, il est recommandé d'utiliser des filtres de 3 µm à poche ou cartouches filtrantes en polypropylène en cas de fonctionnement continu et de 1 µm en cas de fonctionnement discontinu.

Préparation du bain

Eau déminéralisée ou distillée:	60 % vol. Conductance < 5 µS
DNC 571-11-47 solution de démarrage A:	20 % vol.
DNC 571-11-47 solution de démarrage B:	20 % vol.

Pour améliorer la stabilisation du pH on peut additionner le produit suivant :

Le **stabilisateur 10:** 10 % vol.
(Dans ce cas, prendre seulement 50 % vol. d'eau déminéralisée)
Ainsi le pH peut être ajusté à 20 °C sur sa valeur.

Sinon, ajuster la valeur du pH, après la préparation à température ambiante au moyen d'ammoniaque concentré chimiquement pur ou libre d'ammoniaque en utilisant du carbonate de sodium (chimiquement pur) pour la correction.

Régénération

DNC 571-11-47 solution de régénération 1	120 g/L nickel
DNC 571-11-47 solution de régénération 2	604 g/L hypophosphite de sodium
15 % d'ammoniaque	600 mL/L d'ammoniaque 25%
Ou avec une solution de	75 g/L carbonate de sodium

Proportion de dosage

1 : 1 : 0,44 (Rég. 1 : Rég. 2 : ammoniaque)
1 : 1 : 2,4 (Rég. 1 : Rég. 2 : sol. de carbonate de sodium)

Température de travail	88 – 94 °C
Valeur du pH	4,7 – 4,9 (mesuré à 20 ° C, électrométrie)
Teneur en nickel	5,0 ± 1,0 g/L
Agent de réduction	40 ± 6 g/L

Charge par litre	0,2 – 1,0 dm ² /L
Vitesse de déposition	18 – 25 µm/h (selon la valeur du pH et de la température)
Agitation	Agitation des pièces utile mais pas indispensable (Agitation faite à l'aide de la pompe filtre)

Préparation du bain

Avant une nouvelle préparation ou la première mise en service d'un bain **DNC 571- 11-47** toutes les pièces de l'installation en contact avec l'électrolyte **DNC 571-11-47** doivent être traitées avec de l'acide nitrique concentré. Après le rinçage soigneux des installations mentionnées à l'eau et à l'eau déminéralisée, la qualité de l'eau sortant du filtre doit être vérifiée. Elle ne doit pas excéder une conductivité de 10 µS.

Le volume d'eau distillée nécessaire à la préparation du bain doit avoir une conductivité < 5 µS. Après avoir mis en marche le filtre, les produits chimiques de préparation du bain **DNC 571-11-47** sont ajoutés. La valeur du pH est contrôlée une fois la température de travail atteinte.

Instructions de travail

Les pièces à nickeler doivent être soigneusement pré-traitées (dégraissées) avant de les immerger simplement dans le bain **DNC 571-11-47**, et les laisser jusqu'à avoir obtenu l'épaisseur de couche souhaitée.

Si l'on ne travaille pas dans le bain **DNC 571-11-47**, il est préférable de baisser la température à < 40 °C, pour atteindre une durée de vie d'au moins 9 métal-turnover et une stabilité du bain. Si le bain travaille sans ammoniacque mais utilise du carbonate de sodium on aura une concentration plus élevée en sel et on ne pourra pas atteindre plus de 9 métal-turnover (MTO).

Si le procédé **DNC 571-11-47** est exclusivement utilisé pour nickeler de l'aluminium, la durée de vie du bain dépend exclusivement de l'augmentation de la concentration en produit dégradé orthophosphite ainsi que des impuretés de zinc. Les alliages d'aluminium se laissent nickeler jusqu'à un maximum de 6 métal-turnover. Pour avoir une bonne adhérence des couches de nickel chimique déposées, un pré-traitement au zincate est nécessaire.

Cela provoque des impuretés, par exemple des ions de zinc, dans le bain **DNC 571-11-47** qui ne devrait toutefois pas dépasser la concentration limite de 50 mg/L.

Pour utiliser le bain à haute teneur en phosphore on remplace la sol. **DNC 571-11-47 régénération 2** par la sol. **DNC 571 régénération 2**. Les deux solutions se distinguent de part la teneur en hypophosphite (648 g/L) et un stabilisateur différent. La valeur du pH du bain élevé en phosphore est d'au moins pH 0,3 plus bas (4,3 – 4,7) que le bain à teneur moyenne en phosphore. De ce fait la vitesse de déposition à la même température chute en dessous de 14 µm/h. Les couches ainsi obtenues sont amorphes et non magnétiques.

Matériaux de base

Le procédé **DNC 571-11-47** peut être utilisé pour tous les alliages de fer (les aciers, aciers inoxydables etc.), les alliages de fero-nickel, alliages de cuivre, alliages de cuivre-nickel et l'aluminium et ses alliages.

RIAG-Oberflächentechnik met volontiers à la disposition les préconisations de pré-traitement requises pour les différentes applications.

Température de travail

La température normale de travail est comprise entre 88 et 94 °C, optimal 88 °C lors du démarrage. A des températures inférieures, la vitesse de déposition diminue. L'agitation de la solution **DNC 571-11-47** pendant le chauffage et le refroidissement s'imposent afin d'éviter les surchauffes locales.

Maintenance du bain

Afin d'obtenir une vitesse de déposition optimale, il est indispensable de respecter les paramètres indiqués (voir conditions de travail). Dans des conditions de travail normales, 1 L de **DNC 571-11-47 solution de régénération 1** permet de revêtir 65 dm² à 25 µm d'épaisseur. Pour une unité de volume de **DNC 571-11-47 solution de régénération 1**, on ajoute 1,0 unité de volume de **DNC 571-11-47 solution de régénération 2** et 0,44 L d'ammoniaque dilué ou 2,4 L de solution de carbonate de sodium.

En utilisant le bain sans ammoniac pour la régénération, on conseille de prendre du carbonate de sodium chimiquement pur. On déconseille vivement de prendre de l'hydroxyde de sodium ou de potassium ainsi que du carbonate de potassium.

On devrait faire attention à ce que le métal dans la solution **DNC 571-11-47** ne baisse pas plus de 20 % de la valeur initiale (voir conditions de travail). Les additions devraient se faire en petites quantités et fréquemment, ou si les volumes de bain sont plus importants il faut prévoir un analyseur de nickel et contrôleur de pH automatique pour le dosage régulier des solutions de régénération.

Nous conseillons de faire les analyses quotidiennement (matin et soir) en analysant le nickel et le réducteur (voir paramètres de travail) . Un métal-turnover (MTO) est atteint, si 5,0 g/L de nickel de la solution ont été déposés; un métal-turnover est aussi atteint après la consommation de 42,0 mL/L de **DNC 571-11-47 solution de régénération 1**.

Valeur pH

La plage du pH est comprise entre 4,7 et 4,9. La valeur du pH d'un nouveau bain doit être de 4,6 ± 0,1 au démarrage. La solution du bain doit être surveillée par mesure de pH électro-métrique (mesure à 20 °C).

Correction de la valeur pH

Pour diminuer la valeur du pH, on utilise de l'acide sulfurique chim. pur à 10 % env. (60 mL/L d'acide sulfurique conc. chim. pur). Pour l'augmentation du pH on utilise une solution d'ammoniaque à 15 % vol. (600 mL/L d'ammoniaque concentré) ou de carbonate de sodium.

Tous les ajouts doivent être effectués lentement tout en remuant. Lors de l'utilisation d'ammoniaque et d'acide sulfurique, respecter les consignes de sécurité concernant les accidents relatifs aux acides et aux bases.

Traitement des eaux usées

Avant d'être évacuées dans la canalisation, la solution **DNC 571-11-47** et ses eaux de rinçage doivent être détoxiquées et neutralisées. Si nécessaire, RIAG peut indiquer des méthodes pour traiter ces eaux usées.

Instructions de dangers et de sécurité

Les fiches de sécurité DIN pour les **solutions de démarrage DNC 571-11-47 A et B** et les **solutions de régénération DNC 571-11-47 1 et 2**, ainsi que le **stabilisateur 10**, l'ammoniaque, la soude caustique et le carbonate de sodium peuvent être demandées chez les fournisseurs respectifs.

Les **solutions de démarrage DNC 571-11-47 A et B** ainsi que les **solutions de régénération DNC 571-11-47 1 et 2**, le **stabilisateur 10**, l'ammoniaque ainsi que le carbonate de sodium doivent être stockés à des températures de 5 – 25 °C.

En cas de forte baisse de température, il est possible que les solutions cristallisent. 2 est alors conseillé de chauffer les solutions à > 20 °C et de bien les remuer.

Les **solutions de démarrage DNC 571-11-47 A et B**, les **solutions de régénération 1 et 2**, le **stabilisateur 10**, l'ammoniaque ainsi que le carbonate de sodium ne doivent pas entrer en contact avec la peau et les yeux. En cas d'accident rincer immédiatement à grande eau. En cas de lésions oculaires consulter immédiatement un médecin.

Garantie

Les indications mentionnées dans cette fiche technique sont données uniquement à titre de conseil. Nous ne pouvons endosser aucune responsabilité car l'utilisation de nos produits sur le site de production doit être adaptée à l'environnement de l'entreprise. En cas de progrès techniques, nous nous réservons le droit d'apporter des modifications.

Nos conditions de vente et de livraison font foi.

RIAG Oberflächentechnik AG
Murgstrasse 19a
CH- 9545 Wängi
Tel. +41(0) 52 / 369 70 70 Fax
+41(0) 52 / 369 70 79
www.ahc-surface.com
info.waengi@ahc-surface.com

Méthode d'analyse du nickel

Valeur de consigne	5,0 g/L Ni
Réactifs nécessaires	Titriplex III en solution 0,1 mol/L NH ₄ OH concentré Mélange de murexide (1 g de murexide et 99 g de NaCl) eau déminéralisée
Verrerie de labo (appareils nécessaires)	Flie Erlenmeyer 300 mL Pipette 5 mL Cylindre gradué 10 mL Microburette 10 mL

Exécution de l'analyse

Pipeter 5 mL d'électrolyte (20 °C) dans une fiole Erlenmeyer de 300 mL. Après l'addition de 10 mL d'ammoniaque et une pointe de spatule de murexide on dilue avec 150 mL d'eau déminéralisée. Puis titrer avec de la solution 0,1 mol/L Titriplex III jusqu'au virage de la couleur jaune à violet.

Calcul: $\text{g/L nickel} = 1,174 \times \text{mL } 0,1 \text{ mol/L Titriplex III}$

L'analyse décrite doit être effectuée au minimum 2 fois par jour. Elle sert aussi au contrôle du photomètre de débit. Tout nouvel électrolyte doit être analysé ainsi.

Méthode d'analyse de la concentration en solution de réduction

Valeur de consigne	40 g/L hypophosphite de sodium
Les réactifs nécessaires	Solution d'amidon à 1% HCl 6 mol/L (acide chlorhydrique) 0,05 mol/L J ₂ (Riedel Art. No. : 38061) ou Solution Iodide/iodate 0,1 mol/L Na ₂ S ₂ O ₃ (thiosulfat de sodium)
Verrerie de labo	Pipette 2 mL 2 burettes 50 mL division 1/20 Doseur automatique 20 mL 1 fiole Erlenmeyer avec bouchon en verre (spéciale pour le iode)

Exécution de l'analyse

Pipeter 2 mL de bain DNC (20°C) dans une fiole Erlenmeyer, ajouter 25 mL d'une solution de iode (J₂) à 0,05 mol/L et 20 mL d'une solution d'acide chlorhydrique 6 mol/L (600 mL/L 32% HCl) pour l'acidifier. Fermer la fiole Erlenmeyer avec le bouchon et laisser réagir pendant 30 min. à l'abri de la lumière dans une armoire à température ambiante. Ensuite, titrer avec une solution de thiosulfate de sodium à 0,1 mol/L jusqu'à un virage de la solution à un léger jaune. Pour avoir un virage exact on additionne 2 gouttes d'une solution d'amidon à 1% vol., puis on continue de titrer jusqu'au virage d'un bleu violet à incolore.

Calcul : $\text{g/L hypophosphite de sodium} = (\text{mL } 0,05 \text{ mol/L J}_2 - \text{mL } 0,1 \text{ mol/L Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 2,65$