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

20.02.2024

riag Ni 110

Hocheinebnendes Gestell - Glanznickelverfahren

Das **riag Ni 110** Glanznickelverfahren erzeugt hochglänzende, ausgezeichnet einebnende Nickelniederschläge. Das Verfahren zeichnet sich durch ein sehr gutes Streuvermögen aus; die Nickelniederschläge sind duktil und können einfach verchromt werden.

Eigenschaften

- brilliante Glanzwirkung
- helle, weisse Schichten
- sehr gute Schichtdickenverteilung
- sehr gute Duktilität
- sehr gute Glanztiefenstreuung
- ideal für die Vernicklung von Zinkdruckguss

Ansatzwerte borsäurefrei (US Patent No.: 11,396,711)

	Richtwerte	Optimum
Nickelsulfat ($NiSO_4$ x 6 H_2O)	190 – 260 g/L	220 g/L
Nickelchlorid ($NiCl_2$ x 6 H_2O)	50 – 70 g/L	60 g/L
riag Ni 149 Make up	100 mL/L	100 mL/L
riag Ni 132 Make up	10 – 15 mL/L	12 mL/L
riag Ni 135 Carrier	3 – 6 mL/L	5 mL/L
riag Ni 110 Brightener	0,3 – 0,6 mL/L	0,4 mL/L
riag Ni 138 Tenside M * oder **riag Ni 139 Tenside L ***	* 1 – 3 mL/L	*2 mL/L
pH-Wert	3,8 – 5,2	4,9

* abhängig von kundenspezifischen Prozessanforderungen

Toleranzen

Nickel (Ni^{2+})	60 – 85 g/L	70 g/L
Chlorid (Cl^-)	15 – 21 g/L	18 g/L
riag Ni 149 Make up*	80 – 120 mL/L	100 mL/L

*entspricht dem **riag Ni 149 Buffer**

Ansatz

In einen separaten Behälter werden ¾ des geplanten Badvolumens mit entionisiertem Wasser gefüllt. Bei einer Temperatur von mindestens 60 °C werden die notwendigen Salze gelöst und anschliessend auf das Endvolumen aufgefüllt. Um Verunreinigungen zu eliminieren, werden 0,5 mL/L Wasserstoffperoxid zugegeben. Nach kräftigem Umrühren während mindestens 1 Stunde werden 3 g/L Aktivkohle **riag Carb SF** zugesetzt. Der Elektrolyt muss nochmals 30 Minuten gut gemischt werden. Nach dem Absetzen (am besten über Nacht) wird der Elektrolyt in die Arbeitswanne filtriert. Zuletzt werden die notwendigen Mengen an **riag Ni 149 Make up** und alle anderen benötigten Additive zugesetzt. Der Elektrolyt ist einsatzbereit.
Es besteht die Möglichkeit betriebsbereite Elektrolyte zu beziehen, z.B. **riag Ni 149 Elektrolyt** als Gestellvariante.

Ansatzwerte alternativ borsäurehaltig

	Richtwerte	Optimum
Nickelsulfat ($NiSO_4$ x 6 H_2O)	220 – 290 g/L	240 g/L
Nickelchlorid ($NiCl_2$ x 6 H_2O)	50 – 70 g/L	60 g/L
Borsäure (H_3BO_3)	40 – 45 g/L	42 g/L
riag Ni 132 Make up	10 – 15 mL/L	12 mL/L
riag Ni 135 Carrier	3 – 6 mL/L	5 mL/L
riag Ni 110 Brightener	0,3 – 0,6 mL/L	0,4 mL/L
riag Ni 138 Tenside M * oder **riag Ni 139 Tenside L ***	* 1 – 3 mL/L	*2 mL/L
pH-Wert	3,8 – 4,5	4,2

* abhängig von kundenspezifischen Prozessanforderungen

Toleranzen

Nickel (Ni^{2+})	60 – 85 g/L	70 g/L
Chlorid (Cl^-)	15 – 21 g/L	18 g/L
Borsäure (H_3BO_3)	40 – 45 g/L	42 g/L

Ansatz

In einen separaten Behälter werden ¾ des geplanten Volumens mit entionisiertem Wasser gefüllt. Bei einer Temperatur von mindestens 60 °C werden die notwendigen Salze gelöst und anschliessend mit entionisiertem Wasser auf das Endvolumen aufgefüllt. Um Verunreinigungen zu eliminieren, werden 0,5 mL/L Wasserstoffperoxid zugegeben. Nach kräftigem Umrühren während mindestens 1 Stunde, werden 3 – 5 g/L Aktivkohle **riag Carb SF** zugesetzt. Der Elektrolyt muss nochmals 30 Minuten gut gemischt werden. Nach dem Absetzen (am besten über Nacht), wird der Elektrolyt in die Arbeitswanne filtriert. Zuletzt werden die entsprechenden Mengen von **riag Ni 132 Make up, riag Ni 135 Carrier**, **riag Ni 110 Brightener** und **riag Ni 138 Tenside M / riag Ni 139 Tenside L** zugesetzt.

Betriebsparameter

Temperatur:	55 °C (50 – 60 °C)
pH-Wert:	borsäurefrei: 4,9 (3,8 – 5,2) borsäurehaltig: 4,2 (3,8 – 4,5) Der pH-Wert der borsäurefreien Variante sollte immer bei Betriebstemperatur gemessen werden.
Kathodische Stromdichte:	1,0 – 8,0 A/dm^2
Anodische Stromdichte:	unter 3,0 A/dm^2
Stromausbeute:	< 110 %
Abscheiderate:	bei 5 A/dm^2 ca. 1,0 µm/min.
Anoden:	Es sind alle Sorten Nickelanoden verwendbar, die den vorgeschriebenen Reinheitsgrad (mind. 99,7 %) aufweisen. Wir empfehlen den Einsatz von Anodensäcken aus Polypropylen
Bewegung:	Elektrolytbewegung mittels Filterpumpe, Waren- oder Luftbewegung erforderlich
Badbehälter:	Kunststoffwannen bzw. ausgekleidete Stahlwannen
Filtration:	Für Hochleistungsbäder ist eine Dauerfiltration notwendig. Der Elektrolyt sollte zwei bis dreimal pro Stunde umgewälzt werden. Dauerfiltration über Aktivkohle ist empfehlenswert
Heizung:	Thermostatisch gesteuerte Temperaturregelung ist notwendig
Kühlung:	nicht erforderlich
Absaugung:	empfohlen
Instandhaltung:	Nickelsulfat, Nickelchlorid, **riag Ni 149 Make up** bzw. Borsäure regelmässig analysieren und korrigieren. Dosierung von **riag Ni 110 Brightener,** **riag Ni 133 Carrier, riag Ni 135 Carrier** nach Ampèrestunden. Alternativ zum **riag Ni 133 Carrier** kann auch **riag Ni 132 Make up** nachdosiert werden.

Metallische Verunreinigungen:	Metallische Verunreinigungen lassen sich durch regelmässige Selektivreinigung bei 0,1 – 0,3 A/dm^2 ausarbeiten. Es ist zu empfehlen, bei dieser Reinigung die Filterpumpe laufen zu lassen und den von der Filterpumpe in das Bad zurückfliessenden Elektrolyten auf die Selektivbleche strömen zu lassen. Damit ist ein sehr guter Austausch gewährleistet. In jedem Falle sollte der Elektrolyt um die Bleche herum stark bewegt werden.
pH-Wert Einstellung:	Zugaben des **riag Ni 149 Buffer** erniedrigen den pH-Wert. Um den pH-Wert zu senken, ist falls notwendig zuerst **riag Ni 149 Buffer** hinzuzufügen. Erst nachher, im Bedarfsfall, ist chem. reine Schwefelsäure (10 %) zu verwenden. In Ausnahmefällen (meist zeitlich begrenzt) wird reine Salzsäure verwendet, um den Chloridgehalt des Elektrolyten zu erhöhen. Um den pH-Wert zu erhöhen, ist nur Nickelcarbonat zu verwenden, niemals Ammoniak- oder Ammoniumverbindungen.
Verbrauch:	Die Zusätze werden sowohl durch Verschleppung als auch elektrochemisch, d.h. durch anodische und kathodischen Vorgänge verbraucht. Die Verbräuche können somit prozessbedingt variieren.

riag Ni 110 Brightener	0,8 – 1,6 L/10 kAh
riag Ni 135 Carrier	0,5 – 1,2 L/10 kAh
riag Ni 133 Carrier	0,3 – 0,7 L/10 kAh
riag Ni Tenside M / L	0,1 – 0,3 L/10 kAh

Bei Verwendung von Borsäure resultiert ein Mehrverbrauch von 20 – 30 % an Glanzzusatz.

Betriebsstillstandszeiten/ Lagerung:	Bei längeren Produktionsunterbrechungen (z.B. Betriebsferien) empfiehlt es sich, den pH-Wert des Elektrolyten auf unter 4,5 zu senken.

Wirkungsweise der Badbestandteile

riag Ni 149 Make up

Enthält das mit Nickelcarbonat neutralisierte und A-Kohle gereinigte Puffersystem. Durch die Zugabe beim Ansatz, wie auch beim Unterhalt, verändert sich der pH-Wert im Elektrolyten nur geringfügig. Die Pufferwirkung ist über einen sehr breiten Bereich vorhanden und übertrifft diejenige von Borsäure.

riag Ni 149 Buffer

Wird zur Kompensation von Fehlmengen des Puffersystems herangezogen. **riag Ni 149 Buffer** enthält gleich viel Wirkstoff wie das **riag Ni 149 Make up**, ist aber nicht pH-neutral konfektioniert und reagiert stark sauer. Die Ergänzung erfolgt in aliquoten Mengen zur Ausschleppung, idealerweise wenn der pH-Wert mit Säure eingestellt werden sollte, anstelle von Säure. Bei Zugabe von 5 mL/L sinkt der pH-Wert des Nickelektrolyten um ca. 0,2 Einheiten ab. Es wird daher empfohlen, den Puffer in kleinen Schritten zu ergänzen (Erfahrungswerte). Sollte eine sehr grosse Fehlmenge an Puffersubstanz vorliegen, empfehlen wir auf **riag Ni 149 Make up** (pH neutralisiert) auszuweichen.

riag Ni 110 Brightener

Zur Erzielung gleichmässig glänzender Niederschläge ist es wichtig, **riag Ni 110 Brightener** wie in der Betriebsanleitung angegeben, zuzugeben. Regelmässige Zugaben von **riag Ni 110 Brightener** in kleinen Mengen sind sehr wichtig, wenn glänzende und gut eingeebnete Niederschläge erzielt werden müssen. Dosierungen von kleinen, aber regelmässigen Mengen, erhöhen die Niederschlagsqualität und senken den Verbrauch an **riag Ni 110 Brightener**. Regelmässige Kontrolle und Konstanthaltung tragen ebenso zu einer Verringerung der Verbrauchswerte an **riag Ni 110 Brightener** bei.

riag Ni 135 Carrier

Der **riag Ni 135 Carrier** Gehalt kann analytisch ermittelt werden. Wird eingesetzt für das Erzielen gleichmässig glänzender Niederschläge im tiefen Stromdichtebereich.

riag Ni 132 Make up / riag Ni 133 Carrier

Der **riag Ni 132 Make up / riag Ni 133 Carrier** Gehalt kann analytisch ermittelt werden. Für den Erhalt duktiler Schichten empfehlen wir, den Sollwert nicht zu unterschreiten. Ein Mangel an **riag Ni 132 Make up / riag Ni 133 Carrier** wird angezeigt durch Schleier bei mittleren bis hohen Stromdichten. Wenn dies auftritt, müssen 3 – 8 mL/L**riag Ni 132 Make up** zugegeben werden.

riag Ni Tenside M / L

Der Verbrauch an **riag Ni 138 Tenside M / riag Ni 139 Tenside L** kann variieren. Die Verbrauchswerte können aufgrund von Elektrolytausschleppungen variieren.

Ein minimaler Gehalt von **riag Ni 138 Tenside M / riag Ni 139 Tenside L** in Trommelnickelbäder ist empfehlenswert, um z.B. die Bildung von Perforationsflecken auf flachen Teilen, die immer wieder an den Trommelwänden „festkleben“, zu vermeiden.

riag Ni 146 Support

Der Nickelbadzusatz **riag Ni 146 Support** wird dem Elektrolyten beigegeben, wenn die Nickelniederschläge auf den Testblechen im tiefen Stromdichtebereich dunkel sind und wenn dieser Defekt nicht durch selektives Ausarbeiten im Niederstrombereich behoben werden kann. Die Zugabe von **riag Ni 146 Support** sollte auf jeden Fall auf 1 mL/L begrenzt werden, höhere Konzentrationen vermindern den Glanz und die Einebnung des Niederschlages. Eine durch Glanzzusatz Überdosierung im Bad verursachte, verminderte Glanztiefenstreuung kann mit **riag Ni 146 Support** (0,2 – 0,5 mL/L) behoben werden. Um Überdosierungen von **riag Ni 146 Support** zu vermeiden, sollten die Dosierungen in kleinen Schritten vorgenommen werden.

riag Ni 143 Purifier

Wird regelmässig Zinkdruckguss, sowohl im Trommel- als auch im Gestellbetrieb vernickelt, können Zink- und Kupferverunreinigungen in die Nickelbäder eingeschleppt werden. Entsprechend Metallverunreinigungen werden durch Zugabe von 0,03 – 0,1 mL/L **riag Ni 143 Purifier** eliminiert. Je nach Verunreinigungsgrad, muss **riag Ni 143 Purifier** höher oder tiefer dosiert werden. Überdosierungen von **riag Ni 143 Purifier** sind zu vermeiden, da sie sowohl den Glanz als auch die Einebnung des Elektrolyten beeinträchtigen.

Aktivkohle

Eine kontinuierliche Filtration über Aktivkohle ist empfehlenswert (ev. Bypass). Damit werden störende Einflüsse wie organische Verunreinigungen, Einschleppungen von Ölen oder Fetten etc. absorbiert. Hierzu empfehlen wir unsere staubfreie Aktivkohle **riag Carb SF** mit einer Oberfläche von 1500 m^2 /g. Der Mehrverbrauch an **riag Ni 110 Brightener** liegt bei max. 5 %. Eine erhebliche Verunreinigung des Elektrolyten kann auch durch eine Filtration im Bypass (Filterpumpe mit einem gefüllten Sack **riag Carb GR**) entfernt werden. **riag Carb GR** ist bestens für diesen Zweck geeignet, da u.U. eine solche Behandlung während des Beschichtungsprozesses vorgenommen werden kann. **riag** kann solche Filtersysteme zur Verfügung stellen.

riag Ni 147 Oxidant

Verunreinigungen durch Eisen (Porenbildung) werden durch regelmässige Zugaben von **riag Ni 147 Oxidant** (vor der Zugabe in heissem Wasser auflösen), über die Filterpumpe entfernt. Dabei sollten jeweils nicht mehr als 0,5 g/L zugesetzt werden.

Umweltschutz

Konzentrate, sowie Spülwässer, sind den örtlichen Bestimmungen entsprechend aufzubereiten bzw. zu entsorgen. Weitere Angaben entnehmen Sie bitte den Sicherheitsdatenblättern.

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 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

Analytik (Analysenmethoden)

Probenvorbereitung: Elektrolytprobe an gut durchmischter Stelle entnehmen, auf RT abkühlen lassen.

riag Ni 149 Make up / riag Ni 149 Buffer

Reagenzien:
Bromid – Bromatlösung 0,05 mol/L Br_2 (0,1 N)
Natriumthiosulfatlösung 0,1 mol/L (0,1 N)
Kaliumiodid 100 g/L
Salzsäure (1:1)
Stärkelösung 1%

Durchführung:		
	2 mL	Elektrolyt in einen Schlifferlenmeyer pipettieren und
	25 mL	Bromid - Bromatlösung hinzu pipettieren
	25 mL	Salzsäure zugeben, Schlifferlenmeyer sofort mit Schliffstopfen verschliessen, umschwenken und 10 min. im Dunkeln stehen lassen
	10 mL	Kaliumiodidösung zugeben, Wand und Stopfen mit deion. Wasser spülen und mit Natriumthiosulfatlösung bis zum hellen Braun titrieren
	5 mL	Stärkelösung zugeben und mit Natriumthiosulfatlösung titrieren bis die schwarze Farbe verschwindet

Berechnung: (25 – Verbrauch in mL) x 13,2 = mL/L **riag Ni 149 Make up / riag Ni 149 Buffer**

Ergänzung an **riag Ni 149 Buffer** = (100 – Analysenwert **riag Ni 149 Buffer)** in mL/L
*Erläuterungen zur Ergänzung sind in der Produktbeschreibung **riag Ni 149 Buffer** enthalten

Nickelchlorid hexahydrat

Reagenzien:
Silbernitratlösung 0,1 mol/L
Kaliumchromatlösung 5 %

Durchführung:		
	5 mL	Bad in ein 250 mL Becherglas pipettieren und mit
	50 mL	deion Wasser verdünnen
	10 Tropfen	Kaliumchromatlösung zugeben, und mit Silbernitratlösung titrieren, bis der anfänglich weisse Niederschlag sich leicht braunrot verfärbt.

Berechnung:		
	Verbrauch in mL x 2,380	= g/L Nickelchlorid hexahydrat= **B**
	Verbrauch in mL x 0,709	= g/L Chlorid

Nickel

Reagenzien:
Pufferlösung pH 10
Na_2EDTA 0,1 mol/L
Murexid (Natriumchlorid 1:100)

Durchführung:

10 mL	Bad in einen 110 mL Messkolben pipettieren und mit deion. Wasser bis zur Marke auffüllen und gut mischen
10 mL	dieser Stammlösung in ein 250 mL Becherglas pipettieren
15 mL	Pufferlösung pH 10 zugeben
100 mL	deion. Wasser zugeben
1 Spat.spitze	Murexid zugeben
	Die Lösung muss satt gelb gefärbt sein

Sofort mit Na_2EDTA 0,1 mol/L bis zum Farbumschlag nach blau-violett titrieren

Berechnung:

Verbrauch in mL x 5,869 = g/L Nickel = **A**

[A – (B x 0,247)] x 4,48 = g/L Nickelsulfat hexahydrat

A = Nickelgehalt in g/L
B = Nickelchloridgehalt in g/L

riag Ni 138 Tenside M

Reagenzien:
Glycerin
Butylphosphatlösung
Butylphosphatlösung: 5 mL Tri-n - Butylphosphat
500 mL Methanol
500 mL Wasser deion.

Durchführung:

25 mL	Elektrolyt in einen 300 mL Erlenmeyerkolben pipettieren
	dann
3 Tropfen	Glycerin zugeben, gut schütteln, damit sich eine Schaumdecke bildet. In 0,5 mL Schritten Butylphosphatlösung zugeben, nach jeder Zugabe wieder gut schütteln bis die Schaumdecke innerhalb von 10 Sekunden zerfällt.

Berechnung:

Verbrauch in mL = mL/L **riag Ni 138 Tenside M**

Borsäure

Reagenzien:	Natriumhydroxidlösung 0,1 mol/L Bromkresolpurpur (1 % in Ethanol) Mannit	
Durchführung:	10 mL	Bad in einen 110 mL Messkolben pipettieren und mit deion. Wasser bis zur Marke auffüllen und gut mischen
	10 mL	dieser Stammlösung in ein 250 mL Becherglas pipettieren
	100 mL	deion Wasser zugeben
	2 – 3 g	Mannit zugeben
	10 Tropfen	Bromkresolpurpur zugeben und mit Natronlauge von gelb-grün, über dunkelgrün, nach blau-violett titrieren
Berechnung:	Verbrauch in mL x 6,18 = g/L Borsäure	