

riag Ni 113

Glanzerhaltendes Nickelverfahren

Haupteinsatzgebiet des **riag Ni 113** Nickelverfahren ist vor allem die technische Anwendung. Auch bei der Trommelvernicklung von Bauteilen für die Elektro- und Elektronik-Industrie hat sich das **riag Ni 113** Verfahren bestens bewährt.

Das **riag Ni 113** Nickelverfahren scheidet Nickelschichten ab, die sich durch folgende Vorteile auszeichnen:

Eigenschaften

- glanzerhaltend
- helle, weisse Schichten
- sehr gute Schichtdickenverteilung
- sehr gute Duktilität
- einheitlicher Glanz über den gesamten Stromdichtebereich
- sehr gut geeignet für eine technische Vernickelung

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

	Gestell		Trommel	
	Richtwerte	Optimum	Richtwerte	Optimum
Nickelsulfat ($\text{NiSO}_4 \times 6 \text{H}_2\text{O}$)	190 – 260 g/L	220 g/L	125 – 190 g/L	145 g/L
Nickelchlorid ($\text{NiCl}_2 \times 6 \text{H}_2\text{O}$)	50 – 70 g/L	60 g/L	50 – 100 g/L	85 g/L
riag Ni 149 Make up		100 mL/L		100 mL/L
riag Ni 113 Brightener	10 – 18 mL/L	15 mL/L	10 – 18 mL/L	15 mL/L
riag Ni 138 Tenside M * od. riag Ni 139 Tenside L *	*1 – 10 mL/L	*2 mL/L	*1 – 10 mL/L	*3 mL/L
pH – Wert	3,8 – 5,2	4,9	3,8 – 5,2	4,9

*abhängig von kundenspezifischen Prozessanforderungen

Das Verfahren wird üblicherweise mit einem Zusatz betrieben.

Toleranzen

	Gestell		Trommel	
	Richtwerte	Optimum	Richtwerte	Optimum
Nickel (Ni ²⁺)	60 – 80 g/L	70 g/L	50 – 75 g/L	60 g/L
Chlorid (Cl ⁻)	15 – 21 g/L	18 g/L	15 – 30 g/L	25 g/L
riag Ni 149 Make up*	80 – 110 mL/L	100 mL/L	80 – 110 mL/L	100 mL/L

*entspricht dem **riag Ni 149 Buffer**

Ansatz

In einen separaten Behälter werden $\frac{3}{4}$ 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 Gestell/- oder Trommelvariante.

Ansatzwerte alternativ borsäurehaltig

	Gestell		Trommel	
	Richtwerte	Optimum	Richtwerte	Optimum
Nickelsulfat (NiSO ₄ x 6 H ₂ O)	220 – 290 g/L	240 g/L	150 – 220 g/L	175 g/L
Nickelchlorid (NiCl ₂ x 6 H ₂ O)	50 – 70 g/L	60 g/L	50 – 100 g/L	85 g/L
Borsäure (H ₃ BO ₃)	40 – 45 g/L	42 g/L	40 – 45 g/L	42 g/L
riag Ni 113 Brightener	10 – 18 mL/L	15 mL/L	10 – 18 mL/L	15 mL/L
riag Ni 138 Tenside M* / od. riag Ni 139 Tenside L*	*1 – 10 mL/L	*2 mL/L	1 – 10 mL/L	3 mL/L
pH-Wert	3,8 – 4,5	4,2	3,8 – 4,5	4,2

*abhängig von kundenspezifischen Prozessanforderungen

Toleranzen

	Gestell		Trommel	
	Richtwerte	Optimum	Richtwerte	Optimum
Nickel (Ni ²⁺)	60 – 80 g/L	70 g/L	50 – 75 g/L	60 g/L
Chlorid (Cl ⁻)	15 – 21 g/L	18 g/L	15 – 30 g/L	25 g/L
Borsäure (H ₃ BO ₃)	40 – 45 g/L	42 g/L	40 – 45 g/L	42 g/L

Ansatz

In einen separaten Behälter werden $\frac{3}{4}$ 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 von **riag Ni 113 Brightener** und **riag Ni 138 Tenside M / riag Ni 139 Tenside L** zugesetzt.

Alternativ können gereinigte Lösungen/Elektrolyte bei riag bestellt werden.

Betriebsparameter

Temperatur:	55 °C (50 – 65 °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:	Trommel : 0,1 – 2,0 A /dm ² Gestell: 2,0 – 8,0 A/dm ²
Anodische Stromdichte:	unter 3,0 A /dm ²
Stromausbeute:	<100 %
Abscheiderate:	Trommel: bei 1 A/dm ² ca. 0,2 µm / min. Gestell: 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, Trommelrotation erforderlich, Lufteinblasung
Badbehälter:	Kunststoffwannen bzw. ausgekleidete Stahlwannen
Filtration:	Für Hochleistungsnutzung 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 und riag Ni 149 Make up bzw. Borsäure regelmässig analysieren und korrigieren. Zur Erzielung gleichmässig glänzender Niederschläge ist die regelmässige Zugabe von riag Ni 113 Brightener wichtig. Eine Dosierung über einen Ah-Zähler und

riag Ni 113 Brightener

Zur Erzielung gleichmässig glänzender Niederschläge ist die regelmässige Zugabe von **riag Ni 113 Brightener** wichtig.

riag Ni Tenside M / L

Der Verbrauch an **riag Ni 138 Tenside M** / **riag Ni 139 Tenside L** liegt bei 0,2 – 0,5 Liter pro 10 kWh. Die Verbrauchswerte können aufgrund von Elektrolyt-Ausschleppungen variieren.

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

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.

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 regelmässig Zink- und Kupferverunreinigungen in die Nickelbäder eingeschleppt werden. Entsprechende 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 laufende 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 m²/g. Der Mehrverbrauch an Glanzzusatz **riag Ni 113 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.

Umweltschutz/ Sicherheitshinweise

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

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 Br₂ (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 Schliffenmeyer pipettieren und
	25 mL	Bromid - Bromatlösung hinzu pipettieren
	25 mL	Salzsäure zugeben, Schliffenmeyer sofort mit Schliffstopfen verschliessen, umschwenken und 10 min. im Dunkeln stehen lassen
	10 mL	Kaliumiodidlösung 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: $(25 - \text{Verbrauch in mL}) \times 12,0 = \text{mL/L riag Ni 149 Make up / riag Ni 149 Buffer}$

Ergänzung an **riag Ni 149 Buffer** = $(100 - \text{Analysewert riag Ni 149 Buffer})$ 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
 Na₂EDTA 0,1 mol/L
 Murexid (Natriumchlorid 1:100)

Durchführung: 10 mL Bad in einen 100 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 Na₂EDTA 0,1 mol/L bis zum Farbumschlag nach blau-violett titrieren

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

$[A - (B \times 0,247)] \times 4,48$ = 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 100 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 gelbgrün, über dunkelgrün, nach blau-violett titrieren
Berechnung:	Verbrauch in mL x 6,18 = g/L Borsäure	