

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

02.11.2020

riag Ni 140

Schwefelfreies (Halb)- Glanznickelverfahren

Haupteinsatzgebiet des **riag Ni 140** Nickelverfahren ist vor allem die technische Anwendung. Auch bei der Trommelvernicklung von Bauteilen für die Elektro- und Elektronik-Industrie hat sich das **riag Ni 140** Verfahren bestens bewährt. Das **riag Ni 140** (Halb-) Glanznickelverfahren erzeugt duktile Niederschläge, die sich durch folgende Eigenschaften auszeichnen.

Eigenschaften

- schwefelfreie Niederschläge (Auto, Motorrad und sämtliche Teile, bei denen hohe Korrosionsbeständigkeit erforderlich ist)
- ideal für Doppelvernicklung (Duplex)
- sehr duktile Niederschläge
- sehr aktive Niederschläge
- abhängig von der Menge des Glanzzusatzes (riag Ni 140 Brightener) glänzende Nickel-Niederschläge

Ansatzwerte

	Gestell		Trommel	
	Richtwerte	Optimum	Richtwerte	Optimum
Nickelsulfat (NiSO ₄ x 6 H ₂ O)	250 - 300 g/L	290 g/L	200 – 250 g/L	220 g/L
Nickelchlorid (NiCl ₂ x 6 H ₂ O)	25 – 40 g/L	40 g/L	25 – 40 g/L	40 g/L
Borsäure (H ₃ BO ₃)	40 – 50 g/L	45 g/L	40 – 50 g/L	42 g/L
riag Ni 140 Make up	3,0 - 5,0 mL/L	4 mL/L	3,0 - 5,0 mL/L	4 mL/L
riag Ni 140 Brightener	1,0 - 3,0 mL/L	2 mL/L	1,0 - 3,0 mL/L	2 mL/L
riag Ni 138 Tenside M *	* 1 – 3 mL/L	* 2 mL/L	* 1 – 3 mL/L	* 2 mL/L
riag Ni 139 Tenside L *	* 1 – 3 mL/L	* 2 mL/L		
pH-Wert	3,8 - 4,5	3,8	3,8 - 4,5	3,8

^{*} abhängig von kundenspezifischen Prozessanforderungen

Toleranzen

	Gestell		Trommel	
Nickel (Ni ²⁺)	60 – 85 g/L	75 g/L	50 – 75 g/L	60 g/L
Chlorid (Cl ⁻)	10 – 15 g/L	13 g/L	10 – 15 g/L	13 g/L
Borsäure (H ₃ BO ₃)	40 – 50 g/L	45 g/L	40 – 50 g/L	42 g/L

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 von riag Ni 140 Make up, riag Ni 140 Brightener und riag Ni 138 Tenside M / riag Ni 139 Tenside L zugesetzt.

Betriebsparameter

Temperatur: $55 \,^{\circ}\text{C} \, (50 - 65 \,^{\circ}\text{C})$

pH-Wert: 3,8 (3,8 – 4,5)

Kathodische Stromdichte: Trommel: 0.5 – 2.0 A/dm²

Gestell: $0.5 - 7.0 \text{ A/dm}^2$

Anodische Stromdichte: unter 3.0 A/dm²

Stromausbeute: < 100 %

Abscheiderate: Trommel: bei 1 A/dm 2 ca. 0,2 μ m/min.

Gestell: bei 5 A/dm² 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 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

riag Ni 140 Seite 2 / 8

Instandhaltung: Nickelsulfat, Nickelchlorid und Borsäure regelmässig analysieren und

korrigieren. Zur Erzielung gleichmässig glänzender Niederschläge ist die

regelmässige Zugabe von riag Ni 140 Make up und

riag Ni 140 Brightener wichtig. Eine Dosierung über einen Ah-Zähler und Dosierpumpe in kleineren, aber regelmässigen Mengen, erhöht die

Niederschlagsqualität und senkt den Verbrauch an riag Ni 140 Make up und riag Ni 140 Brightener.

Metallische

Verunreinigungen: Sele

Metallische Verunreinigungen lassen sich durch regelmässige Selektivreinigung bei 0,1 – 0,3 A/dm² 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: Um den pH-Wert zu senken, ist chem. reine Schwefelsäure (10 %) zu

verwenden. Um den pH-Wert zu erhöhen, ist nur Nickelcarbonat zu verwenden, niemals Ammoniak- oder Ammonium-Verbindungen.

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 140 Make up 0,5 – 1,5 L/10 kAh

riag Ni 140 Brightener 1,5 – 2,0 L/10 kAh

riag Ni Tenside M / L 0,1-0,3 L/10 kAh

Wirkungsweise der Badbestandteile

riag Ni 140 Brightener

Zur Erzielung gleichmässig glänzender Niederschläge ist es wichtig, **riag Ni 140 Brightener** wie in der Betriebsanleitung angegeben, zuzugeben. Dosierungen von kleinen, aber regelmässigen Mengen, erhöhen die Niederschlagsqualität und senken den Verbrauch an **riag Ni 140 Brightener**.

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 140 Seite 3 / 8

riag Ni 143 Purifier

Bei der Zinkdruckgussvernicklung und anderen Nichteisenmetallen empfehlen wir eine Zugabe von 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. 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.

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 **riag Ni 140 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.

Spezielle Niederschlagsstruktur

Für die schwefelfreie (Halb-) Glanzvernicklung (insbesondere für Doppelvernicklungen) ist die kolumnare Schichtstruktur von grosser Bedeutung. In diesem Zusammenhang sei auf die Abbildungen Nr. 1 und Nr. 2 verwiesen.

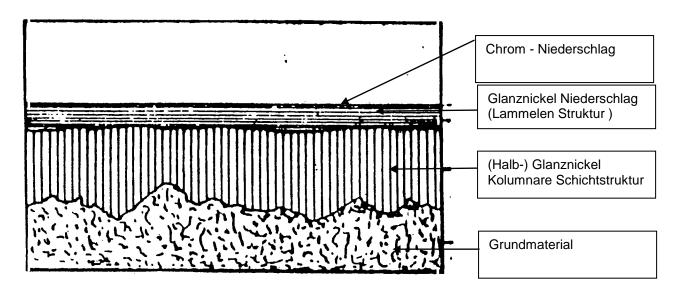


Abbildung Nr. 1

riag Ni 140 Seite 4 / 8

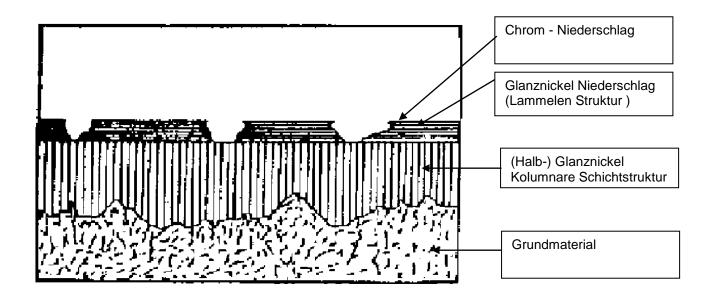
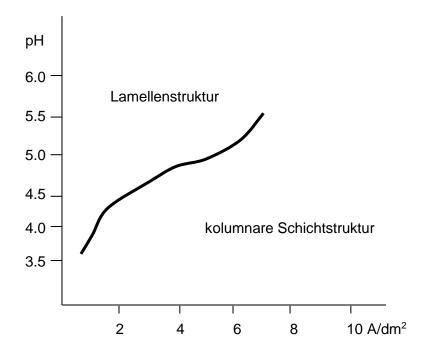


Abbildung Nr. 2

Korrosion von schwefelfreiem (Halb-) Glanznickel-Niederschlag und Glanznickel-Niederschlag.

60 % des (Halb-) Glanznickel-Niederschlages 40 % des Glanznickel-Niederschlages



(Halb-) Glanznickel-Niederschlagsstruktur in Abhängigkeit von pH-Wert und Stromdichte

Optimum: pH 3.8 - 4.4 A/dm² 0.5 - 7.0

riag Ni 140 Seite 5 / 8

Umweltschutz

Konzentrate sowie Spülwässer sind den örtlichen Bestimmungen entsprechend aufzubereiten bzw. zu entsorgen. 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 <u>www.riag.ch</u> 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

riag Ni 140 Seite 6 / 8

Analytik (Analysenmethoden)

Probenvorbereitung: Badprobe an gut durchmischter Stelle entnehmen, auf RT abkühlen

lassen.

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 gelb-

grün, über dunkelgrün, nach blau-violett titrieren

Berechnung: Verbrauch in mL x 6,18 = g/L Borsäure

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

riag Ni 140 Seite 7 / 8

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

riag Ni 140 Seite 8 / 8