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

20.02.2024

riag Ni 141

Glanznickel für duktile, glänzende Abscheidungen, speziell für technische Anwendungen

riag Ni 141 Additive ist ein ein Zusatz, um innere Spannungen in Sulfamat-Nickelelektrolyten zu verringern und ist daher speziell für den Einsatz bei der Vernickelung von Elektronikbauteilen inkl. gedruckten Schaltungen , sowie für „Electroforming“ geeignet. Allfällige Porenbildung wird durch den Zusatz von Netzmittel kontrolliert. Der Elektrolyt kann für Gestell- oder Trommelware verwendet werden.

Eigenschaften

- Duktile, glänzende Niederschläge mit geringer Tendenz zur Einebnung
- Gleichmässiger Glanz über weite Stromdichtebereiche
- Niederschlagshärte: ca. 400 HV, welche sich bei tiefer Elektrolyttemperatur und tiefem pH-Wert leicht erhöht
- Innere Spannung des Nickelniederschlags: 0 – 35 kg/cm^2 Zugspannung
  Vergleiche dazu normales „Watts“-Nickelbad: ca. 1'000 kg/cm^2 Zugspannung

riag Ni 141 Niederschläge eigenen sich vorzüglich als Zwischenschicht bei der Edelmetallveredlung, nicht zuletzt weil sich eine harte aber duktile und korrosionsbeständige Grundschicht bilden und die Abriebseigenschaften wesentlich verbessern.

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

	Richtwerte	Optimum
Nickelsulfamat Konzentrat (185 g/L Ni)	270 – 450 mL/L	370 mL/L
Nickelchlorid ($NiCl_2$ x 6 H_2O)	7 – 17 g/L	12 g/L
riag Ni 149 Make up	80 – 110 mL/L	100 mL/L
riag Ni 141 Additive*	0 – 15 mL/L	10 mL/L
riag Ni 138 Tenside M* / riag Ni 139 Tenside L*	1 – 10 mL/L	2 mL/L

* abhängig von kundenspezifischen Prozessanforderungen kann in allen nachfolgenden Prozessen **riag Ni 113 Brightener anstelle** von **riag Ni 141 Additive** verwendet werden.

Toleranzen

	Richtwerte	Optimum
Nickel (Ni^{2+})	60 – 90 g/L	75 g/L
Chlorid (Cl^-)	2 – 5 g/L	3,5 g/L
riag Ni 149 Make up	80 – 120 mL/L	100 mL/L
pH-Wert	3,0 – 5,2	kundenspezifisch

Ansatz

Der Arbeitsbehälter wird zu $^1/_3$ des geplanten Volumens mit deionisiertem Wasser gefüllt und das Nickelchlorid darin aufgelöst. Anschliessend werden die berechneten Volumen Nickelsulfamatlösung und **riag Ni 149 Make up** zugesetzt. Dann füllt man mit deionisiertem Wasser auf 95 % des Endvolumens und aktiviert die Umwälzung. Nach der Zugabe von **riag Ni 141 Additive** und **riag Ni 138 Tenside M / riag Ni 139 Tenside L** wird das restliche Wasser ergänzt und auf Solltemperatur aufgeheizt. Im Anschluss wird der gewünschte pH-Wert eingestellt und das Verfahren ist betriebsbereit.

Ansatzwerte alternativ borsäurehaltig

	Richtwerte	Optimum
Nickelsulfamat Konzentrat (185 g/L Ni)	300 – 480 mL/L	400 mL/L
Nickelchlorid ($NiCl_2$ x 6 H_2O)	7 – 17 g/L	12 g/L
Borsäure	30 – 50 g/L	40 g/L
riag Ni 141 Additive*	0 – 15 mL/L	10 mL/L
riag Ni 138 Tenside M* / riag Ni 139 Tenside L*	1 – 10 mL/L	2 mL/L

* abhängig von kundenspezifischen Prozessanforderungen

Toleranzen

	Richtwerte	Optimum
Nickel (Ni^{2+})	60 – 90 g/L	75 g/L
Chlorid (Cl^-)	2 – 5 g/L	3,5 g/L
Borsäure (H_3BO_3)	30 – 50 g/L	40 g/L
pH-Wert	3,0 – 4,5	3,6

Ansatz

Der Arbeitsbehälter wird zu $^1/_3$ des geplanten Volumens mit deionisiertem Wasser gefüllt und das Nickelchlorid darin aufgelöst. Anschliessend werden die Nickelsulfamatlösung und die Borsäure zugesetzt. Dann füllt man mit deionisiertem Wasser auf 95 % des Endvolumens und rührt während des Aufheizens, bis die Borsäure gelöst ist. Nach der Zugabe von **riag Ni 141 Additive** und **riag Ni 138 Tenside M / riag Ni 139 Tenside L** wird das restliche Wasser ergänzt, danach empfehlen wir eine Filtration des Elektrolyten während 2 – 4 Stunden.

Betriebsparameter

Temperatur:	55 °C (50 – 65 °C)
pH-Wert:	borsäurefrei: 3,0 – 5,2 (kundenspezifisch) borsäurehaltig: 3,0 – 4,5 (kundenspezifisch) Der pH-Wert der borsäurefreien Variante sollte immer bei Betriebstemperatur gemessen werden. Erhöhte pH-Werte beeinflussen die Anodenlöslichkeit. Die Verwendung von (depolarisierten) Anoden und Halogensalzen (Chlorid oder Bromid) kann dies kompensieren.
Kathodische Stromdichte:	Gestell: 4 A/dm^2 (1 – 10 A/dm^2) Trommel: 0,75 A/dm^2 (0,5 – 1,0 A/dm^2)
Stromausbeute:	100 %
Abscheiderate:	Gestell: bei 3 A/dm^2 ca. 0,6 µm/min. Trommel bei 0,75 A/dm^2 ca. 0,15 µm/min. Bei 4 A/dm^2 werden 50 µm pro Stunde abgeschieden.
Bewegung:	Warenbewegung 2 –3 m/min. oder Luftbewegung mit ölfreier Druckluft erforderlich
Anoden:	„S“ Nickel mit Polypropylensäcken. Titankörbe können verwendet werden.
Badbehälter:	Halbharter PVC oder Polypropylen
Filtration:	Dauerfiltration ist notwendig mittels 3 – 5 µm Polypropylenkerzen
Heizung:	Porzellanheizstäbe oder Titanheizschlangen mit Thermostat
pH-Wert Einstellung:	Zugaben des **riag Ni 149 Buffer** erniedrigen den pH-Wert. Um den pH-Wert zu senken, ist zuerst **riag Ni 149 Buffer** hinzuzufügen und erst dann, falls notwendig, Sulfaminsäure zu verwenden. Um den pH-Wert zu erhöhen, ist nur Nickelcarbonat zu verwenden, niemals Ammoniak- oder Ammoniumverbindungen
Metallische Verunreinigungen:	Einige 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.
Gleichrichter:	Trommel bis ca. 8 Volt, Gestell bis ca. 4 Volt Ein Ah-Zähler erleichtert den Unterhalt
Instandhaltung:	Nickelsulfamat, Nickelchlorid, **riag Ni 149 Make up** bzw. Borsäure regelmässig analysieren und korrigieren.

Verbrauch:	Die Zusätze werden sowohl elektrochemisch, d.h. durch anodische und kathodische Vorgänge verbraucht als auch durch Verschleppung. Die Verbräuche können somit prozessbedingt variieren.	
	riag Ni Tenside M / L	0,1 – 0,3 L pro 10 kAh
	riag Ni 141 Additive	1,0 – 1,5 L pro 10 kAh

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

Wirkungsweise der Elektrolytkomponenten

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 141 Additive

Regelmässige Zugaben von **riag Ni 141 Additive** sind empfehlenswert, um gleichmässig glänzende Niederschläge zu erzielen.

riag Ni Tenside M / L

Die **riag Ni Tenside** reduzieren die Oberflächenspannung des Elektrolyten. Dadurch wird das Anlagern von Wasserstoffmolekülen und Schmutzpartikeln an der Warenoberfläche vermindert. So wird eine störende Porenbildung in der Nickelschicht vermieden.

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 über 1500 m^2/g. 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.

Allgemeines

1. Die inneren Spannungen des Niederschlages können, falls erforderlich, periodisch kontrolliert werden, mittels eines Spiralkontraktometers nach Brenner, einem Spannungstreifen oder einem ähnlichen Instrument.

2. Um die hohen Schichtqualität aufrecht zu erhalten, welche durch Eintrag von Fremdorganik negativ beeinflusst werden kann, empfehlen wir den Elektrolyten periodisch im Bypass oder permanent mittels Filterpumpe (je nach Verschmutzungsgrad) mit Aktivkohle zu behandeln. Hierfür hat sich das Produkt **riag Carb SF** bestens bewährt.

3. Es ist zu beachten, dass Niederschläge, welche Druckspannungen aufweisen, speziell für die Veredelung von hochzugfestem Stahl und Komponenten geeignet sind.

Umweltschutz

Konzentrate, sowie Spülwässer, sind den örtlichen Bestimmungen entsprechend aufzubereiten bzw. zu entsorgen.

Produktsicherheit / Sicherheitshinweise

Die beim Umgang mit Chemikalien üblichen Massnahmen sind zu beachten.
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

Nickelsulfamat $Ni(NH_2SO_3)_2$ x 4 H_2O

Reagenzien:	Pufferlösung pH 10 Na_2EDTA 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 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 5,41	= mL/L Nickelsulfamatlösung
	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 gelb-grün, über dunkelgrün, nach blau-violett titrieren
Berechnung:	Verbrauch in mL x 6,18 = g/L Borsäure	