

riag Ni 149

Borsäurefreies Hochleistungs-Glanznickelverfahren

Der **riag Ni 149** Prozess ist ein borsäurefreies Glanznickelverfahren, welches sich gegenüber borsäurehaltigen Elektrolyten durch folgende Eigenschaften auszeichnet:

Eigenschaften

- hervorragende Schichtdickenverteilung
- brillante Glanzwirkung
- sehr gute Glanztiefenstreuung
- hocheinebnende Niederschläge
- sehr gute Duktilität

Ansatzwerte

	Gestell		Trommel	
	Richtwerte	Optimum	Richtwerte	Optimum
Nickelsulfat (NiSO ₄ x 6 H ₂ O)	190 – 260 g/L	220 g/L	125 – 190 g/L	145 g/L
Nickelchlorid (NiCl ₂ x 6 H ₂ 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 132 Make up	10 – 15 mL/L	12 mL/L	10 – 15 mL/L	12 mL/L
riag Ni 135 Carrier	2 – 5 mL/L	3 mL/L	2 – 5 mL/L	3 mL/L
riag Ni 118 Brightener	0,1 – 0,3 mL/L	0,2 mL/L		
riag Ni 120 Brightener			0,1 – 0,3 mL/L	0,2 mL/L
riag Ni 138 Tenside M * od. riag Ni 139 Tenside L *	* 1 – 3 mL/L	*2 mL/L	* 1 – 3 mL/L	*2 mL/L
pH – Wert	3,8 – 5,2	4,9	3,8 – 5,2	4,9

* abhängig von kundenspezifischen Prozessanforderungen

Ansatz

In heissem DI Wasser werden die Nickelsalze hinzugefügt und aufgelöst, die Lösung klar filtriert und die entsprechenden Mengen an **riag Ni 149 Make up** und alle anderen benötigten Additive zugesetzt. Der Elektrolyt ist einsatzbereit.

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**

Betriebsparameter

Temperatur:	55 °C (50 – 60 °C)
pH-Wert:	4,9 (3,8 – 5,2); bei Betriebstemperatur gemessen
Kathodische Stromdichte:	0,1 – 10,0 A/dm ²
Anodische Stromdichte:	< 3,0 A/dm ²
Stromausbeute:	< 100 %
Abscheiderate:	Bei 1 A/dm ² ca. 0,2 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, mechanischer Bewegung oder Luftbewegung (tensidabhängig) Geeignete Trommelrotation erforderlich
Badbehälter:	Kunststoffwannen bzw. ausgekleidete Stahlwannen
Filtration:	Für Hochleistungselektrolyte ist eine Dauerfiltration notwendig. Der Elektrolyt sollte zwei bis dreimal pro Stunde umgewälzt werden.
Heizung:	Thermostatisch gesteuerte Temperaturregelung ist notwendig.
Kühlung:	Nicht erforderlich
Absaugung:	Notwendig

Metallische Verunreinigungen:	<p>Metallische Verunreinigungen lassen sich durch regelmässige Selektivreinigung bei 0,1 – 0,5 A/dm² ausarbeiten. Es ist zu empfehlen, bei dieser Reinigung die Filterpumpe laufen zu lassen und den von der Filterpumpe in den Behälter 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.</p> <p>Eisenverunreinigungen führen zu einer Verfärbung des Elektrolyten. Hinweis: Die Grundfarbe des Elektrolyten tendiert ins olivgrüne. Die Farbe sollte daher nicht als qualitatives Mass für metallische Verunreinigungen herangezogen werden.</p>								
pH-Wert Einstellung:	<p>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.</p> <p>Um den pH-Wert zu erhöhen, ist nur Nickelcarbonat zu verwenden, niemals Ammoniak- oder Ammoniumverbindungen.</p>								
Instandhaltung:	<p>Nickelsulfat, Nickelchlorid und riag Ni 149 Buffer regelmässig analysieren und korrigieren. Dosierung der riag Ni Brightener, riag Ni 133 Carrier und riag Ni 135 Carrier nach Ampèrestunden.</p>								
Verbrauch:	<p>Die Zusätze werden sowohl durch Verschleppung als auch elektrochemisch, d.h. durch anodische und kathodische Vorgänge verbraucht. Die Verbräuche je 10 kAh können somit prozessbedingt variieren.</p> <table border="0" style="margin-left: 20px;"> <tr> <td>riag Ni Brightener</td> <td style="text-align: right;">0,7 – 1,5 L/10 kAh</td> </tr> <tr> <td>riag Ni 135 Carrier</td> <td style="text-align: right;">0,5 – 1,2 L/10 kAh</td> </tr> <tr> <td>riag Ni 133 Carrier</td> <td style="text-align: right;">0,3 – 0,7 L/10 kAh</td> </tr> <tr> <td>riag Ni Tenside M / L</td> <td style="text-align: right;">0,1 – 0,3 L/10 kAh</td> </tr> </table>	riag Ni Brightener	0,7 – 1,5 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
riag Ni Brightener	0,7 – 1,5 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								
Betriebsstillstandszeiten/ Lagerung:	<p>Bei längeren Produktionsunterbrechungen (z.B. Betriebsferien) empfiehlt es sich, den pH-Wert des Elektrolyten auf unter 4,5 zu senken.</p>								

Wirkungsweise der Elektrolytbestandteile

riag Ni 149 Make up

Enthält das mit Nickelcarbonat neutralisierte 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.

In den ersten Tagen nach Neuansatz findet eine Reduzierung der analysierbaren Konzentration an **riag Ni 149 Make up** bis ca. 10 % statt. Dies ist auf die Einstellung des Gleichgewichts in der Lösung zurückzuführen und ist ein normales Merkmal des Elektrolyten.

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 Nিকেlelektrolyten um ca. 0,2 Einheiten ab. Es wird daher empfohlen, den Puffer in kleinen Schritten zu ergänzen (Erfahrungswerte). Sollte eine sehr grosse Fehlmenge an der Puffersubstanz vorliegen, empfehlen wir auf **riag Ni 149 Make up** (pH neutralisiert) auszuweichen.

riag Ni Brightener

Regelmässige Zugaben der **riag Ni 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 Brightener**. Eine regelmässige Kontrolle und Konstanzhaltung des pH-Wertes tragen ebenso zu einer Verringerung der Verbrauchswerte an **riag Ni Brightener** bei.

riag Ni 135 Carrier

riag Ni 135 Carrier werden für das Erzielen gleichmässig glänzender Niederschläge im tiefen Stromdichtebereich eingesetzt. In Gegenwart von **riag Ni 149 Make up** kann der **riag Ni 135 Carrier** Gehalt derzeit analytisch nur ionenchromatographisch ermittelt werden.

riag Ni 132 Make up / riag Ni 133 Carrier

riag Ni 132 Make up / riag Ni 133 Carrier bewirken einen Grundglanz. 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. Der **riag Ni 132 Make up / riag Ni 133 Carrier** Gehalt kann analytisch ermittelt werden.

riag Ni 143 Purifier

Wird regelmässig Zinkdruckguss im Trommelbetrieb vernickelt, können Zink- und Kupferverunreinigungen in die Nিকেlelektrolyte 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.

riag Ni Tenside M / L

Der Verbrauch an **riag Ni Tenside M / L** liegt bei 0,1 – 0,3 Liter pro 10 kWh. Die Verbrauchswerte können aufgrund von Elektrolytausschleppungen variieren. Ein minimaler Gehalt von **riag Ni Tenside M / L** in Trommelnickel-Elektrolyten ist notwendig, um z.B. die Bildung von Perforationsflecken auf flachen Teilen, die immer wieder an den Trommelwänden „festkleben“, zu vermeiden.

Aktivkohle

Diskontinuierliche Filtration über Aktivkohle ist notwendig (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. 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. 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 „riag Oberflächentechnik AG (Wängi, Schweiz) 53 KB“ Version 1/2014), 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
Tel. + 41 (0) 52 / 369 70 70
Fax + 41 (0) 52 / 369 70 79
www.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: $(25 - \text{Verbrauch in mL}) \times 12,9 = \text{mL/L riag Ni 149 Make up/ riag Ni 149 Buffer}$

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 Na ₂ EDTA 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 ₂ EDTA 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	