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

02.11.2020

riag Ni 156

Nickelverfahren zur Erzielung gleichmässiger, blendarmer Nickelschichten

Im Vergleich zum Glanznickel werden mit **riag Ni 156-** Verfahren gleichmässige, blendarme Nickelschichten mit definierter Schichtstruktur erzeugt. Die Überzüge sind sogar auf polierten Metalloberflächen kaum reflektiv.

Eigenschaften

- gleichmässiger Mattigkeitsgrad über gesamten Stromdichtebereich
- sehr aktive Oberfläche für nachfolgende Beschichtungen
- sehr gute Schichtdickenverteilung

Ansatzwerte

	Gestell		**Trommel**	
	Richtwerte	Optimum	Richtwerte	Optimum
Nickelsulfat ($NiSO_4$ x 6 H_2O)	410 – 460 g/L	435 g/L	430 – 500 g/L	465 g/L
Nickelchlorid ($NiCl_2$ x 6 H_2O)	20 – 40 g/L	30 g/L	20 – 40 g/L	30 g/L
Borsäure (H_3BO_3)	40 – 45 g/L	42 g/L	40 – 45 g/L	42 g/L
riag Ni 156 Carrier TW	15 – 22 mL/L	20 mL/L	20 – 25 mL/L	22 mL/L
riag Ni 156 Carrier TS	3 – 10 mL/L	6 mL/L	3 – 10 mL/L	6 mL/L
riag Ni 156 Satin Additive T	0,3 – 0,8 mL/L	Je nach verlangtem Finish	0,8 – 1,2 mL/L	Je nach verlangtem Finish
pH – Wert	4,1 – 4,5	4,2	4,1 – 4,5	4,2

Wichtig
Der erzielte Matt – Effekt ist abhängig von der jeweils täglichen Zugabe an **riag Ni 156 Satin Additive T**, weitere Zusätze werden nicht empfohlen.

Toleranzen

	Gestell		Trommel	
Nickel (Ni^{2+})	100 – 110 g/L	105 g/L	110 – 130 g/L	120 g/L
Chlorid (Cl^-)	7 – 13 g/L	10 g/L	7 – 13 g/L	10 g/L
Borsäure (H_3BO_3)	40 – 45 g/L	42 g/L	40 – 45 g/L	42 g/L

Ansatz

In einen separaten Behälter werden $^2/_3$ 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 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 156 Carrier TW, riag Ni 156 Carrier TS** ohne Verdünnung zugegeben. Das **riag Ni 156 Satin Additive T** muss vor der Elektrolytzugabe im Verhältnis 1:20 mit vollentsalztem Wasser verdünnt und gut durchmischt, anschliessend langsam, unter rühren dem Elektrolyten zugegeben werden. Sämtliche Zusätze sollten ½ – 1 Stunde vor Arbeitsbeginn zugemischt werden. Dies garantiert eine gleichmässig gute Verteilung im Elektrolyten.

Wichtiger Hinweis

Das Einbringen anderer organischer Zusätze, wie zum Beispiel Netzmittel und dergleichen in den Elektrolyten, muss unbedingt vermieden werden. Deren Einschleppung von anderen Elektrolyten führt zu glänzenden Schichten und somit zu einem Mehrverbrauch an **riag Ni 156 Satin Additive T**. Wie bei anderen Hochleistungselektrolyten sollte für den Ansatz und die Vorspüle nur vollentsalztes Wasser verwendet werden. Der pH-Wert wird jeweils nach Bedarf mit Schwefelsäure 10 % oder Nickelcarbonat eingestellt.

Betriebsparameter

	Gestell	Trommel
Temperatur:	50 °C (50 – 55 °C)	50 °C (45 – 55 °C)
	Während längeren Arbeitspausen, Temperatur des Elektrolyten nicht unter 35 °C absinken lassen.	
pH – Wert:	4,2 (4,1 – 4,5)	4,2 (4,1 – 4,5)
Kathodische Stromdichte:	1,5 – 5,0 A/dm²	0,5 – 1,5 A/dm²
Anodische Stromdichte:	1 – 3 A/dm²	1 – 3 A/dm²
Elektrolytspannung:	4 – 10 Volt	> 10 Volt
Abscheiderate:	bei 5 A/dm² ca. 1,0 µm/min.	bei 1 A/dm² ca. 0,2 µm/min.
Gleichrichter:	< 5 % Restwelligkeit	< 5 % Restwelligkeit
Galvanisierzeit:	3 – 6 min	> 30 min
Bewegung:	Kathodenbewegung mit 2 – 3 m/min	Trommelrotation < 4 U/min

Mindestschichtdicke:	Der Matteffekt wird ab einer Schichtdicke von 3 – 5 µm erreicht.
Anoden:	Es sind alle Sorten Nickelanoden verwendbar, die den vorgeschriebenen Reinheitsgrad (mind. 99,7 %) aufweisen. Wir empfehlen den Einsatz von Anodensäcken aus Polypropylen.
Badbehälter:	Kunststoffwannen bzw. ausgekleidete Stahlwannen
Filtration:	Es ist sehr wichtig während der Nickelabscheidung **keine** Filtration durchzuführen! Nach Arbeitsschluss muss durch 5 µm Filterkerzen/ Platten für ca. 8 Stunden bei einem vierfachen Elektrolytvolumen je Stunde filtriert werden.
Heizung:	Thermostatisch gesteuerte Temperaturregelung ist notwendig
Kühlung:	nicht erforderlich
Absaugung:	empfohlen
Einhängekontakt:	Die Zeitspanne vom Wareneinhängen bis zum Stromanschluss sollte nicht mehr als 10 Sekunden betragen. Gleichmässig matte Schichten mit optimaler Haftung werden mit möglichst kurzer Kontaktzeit erzielt.
Instandhaltung:	Nickelsulfat, Nickelchlorid und Borsäure regelmässig analysieren und korrigieren.
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 kathodische Vorgänge verbraucht. Die Verbräuche je 10 kAh können somit prozessbedingt variieren.
	riag Ni 156 Carrier TW 0,5 – 1,5 L/10 kAh
	riag Ni 156 Carrier TS 0,8 – 1,7 L/10 kAh

Zu niedrige Konzentrationen der **riag Ni 156-** Träger verringern den Crystal - Matteffekt.
Für einen optimalen Crystal-Matteffekt sollte die Nickel-Konzentration möglichst im vorgeschriebenen Bereich bleiben. Für eine gleichmässig gute Abscheidung kann das
riag Ni 156 Satin Additive T auch während des laufenden Betriebes zugegeben werden. Eine Zugabe kann alle 4 Stunden, 1:20 verdünnt, mit 50 % der Ausgangskonzentration erfolgen. Die genannten Werte sind Richtlinien, die durch andere Betriebsdaten beeinflusst werden und können daher in der Praxis etwas abweichen.

Anlagentechnik

Ein reproduzierbares Arbeiten mit dem **riag Ni 156-** Verfahren ist problemlos möglich. Entsprechende Anlagentechnik muss jedoch berücksichtigt werden. Gerne berät Sie unser technischer Aussendienst.

Wirkungsweise der Badbestandteile

riag Ni 156 Satin Additive T

Das **riag Ni 156 Satin Additive T** ist verantwortlich für das Erreichen des gewünschten blendfreien Niederschlages. Mit steigender Menge der Zugabe des **riag Ni 156 Satin Additive T** intensiviert sich der Crystal-Matteffekt. Das **riag Ni 156 Satin Additive T** ist jeweils vor Arbeitsbeginn im Verhältnis 1:20 mit vollentsalztem Wasser zu verdünnen. Dieses Gemisch kann anschliessend unter vorsichtigem Rühren des Elektrolyten, der Prozesswanne zugeführt werden. Das zeitliche, zur Verfügung stehende Arbeitsfenster liegt je nach Anlagentechnik bei etwa 10 – 16 h. Anschliessend muss der Elektrolyt filtriert werden; das heisst das **riag Ni 156 Satin Additive T** wird über die Filterpumpe entfernt. Wir empfehlen die Filtration mit Hilfe von angeschwemmter Aktivkohle auf dem Filteraggregat vorzunehmen. Nach gründlicher Filtration (etwa 6 – 8 h) ist der Elektrolyt wieder betriebsbereit.

riag Ni 156 Carrier TS

Der Gehalt an **riag Ni 156 Carrier TS** kann analytisch erfasst werden. Wir empfehlen das Einhalten der empfohlenen Grenzwerte. Ein Mangel an **riag Ni 156 Carrier TS** kann sich durch Bildung von “Poren“ auf der gesamten Werkstückoberfläche bemerkbar machen. Eine Überdosierung ist zu vermeiden, da dies sonst die Ausbildung des Crystal Matteffekts behindert. Regelmässige Dosierungen sind gemäss Betriebsanleitung vorzunehmen.

riag Ni 156 Carrier TW

Der Gehalt an **riag Ni 156 Carrier TW** kann analytisch erfasst werden. Wir empfehlen den empfohlenen Minimalwert unbedingt einzuhalten. Während ein Mangel an **riag Ni 156 Carrier TW** zu glänzenden Abscheidungen führt, macht sich eine leichte Überdosierung nicht negativ bemerkbar. Regelmässige Dosierungen sind gemäss Betriebsanleitung vorzunehmen.

Die **riag Ni 156 Carrier TW** und **riag Ni 156 Carrier TS** können für die Verwendung einer Dosierpumpe miteinander vermischt werden.

Wichtig !

Vor Zugabe des **riag Ni 156 Satin Additive T** in den Elektrolyten, muss die Filterpumpe ausgeschaltet werden. Während der gesamten Galvanisierdauer muss die Filterpumpe ausgeschaltet bleiben, da sonst das **riag Ni 156 Satin Additive T** aus dem System wieder entfernt wird.

riag Ni 156 Convers T

Der Gehalt an **riag Ni 156 Convers T** kann analytisch nicht erfasst werden. Ein Mangel an **riag Ni 156 Convers T** kann sich durch ungenügenden Matteffekt, bei gleichzeitiger Einhaltung aller andern Parameter, bemerkbar machen. Eine Umstellung von **riag Ni 151 / 152 / 153 - Elektrolyte** auf **riag Ni 156 - Elektrolyte** erfolgt durch Zugabe von 5 mL/L **riag Ni 156 Convers T.**

Nickelgehalt

Die Nickelkonzentration hat innerhalb der Badvorschrift kaum Einfluss auf den Abscheidungseffekt. Unter 100 g/L Nickel verringert sich der Crystal-Matteffekt sowie die Streufähigkeit. Im Trommelbetrieb sollte regelmässig die Elektrolytdichte kontrolliert und gegebenenfalls mit Nickelsulfat eingestellt werden.

Chloridgehalt

Ein zu hoher Chloridgehalt ergibt einen leichten Glanzeffekt. Zu niedriger Chloridgehalt hat keinen wesentlichen negativen Einfluss auf die Metallabscheidung.

Borsäure

Der Borsäuregehalt, innerhalb der vorgegebenen Sollwerte, hat keinen Einfluss auf die Abscheidung. Um “Anbrennungen“ sowie Poren vorzubeugen, empfehlen wir aber das Einhalten der Grenzwerte.

Aktivkohle

Das **riag Ni 156 Satin Additive T** wird durch die tägliche Filtration entfernt. Eine regelmässige Filtration mit Hilfe angeschwemmter Aktivkohle ist aber zu empfehlen, um allfällig eingeschleppte organische Verunreinigungen aus Vorbehandlungen, regelmässig zu entfernen. Hierzu empfehlen wir unsere staubfreie Aktivkohle **riag Carb SF** mit einer Oberfläche von 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.

Fehlertabelle, Ursache, Behebung

Auf Anfrage erhältlich.

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 „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: 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

Nickel

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 4,48 = g/L Nickelsulfat hexahydrat

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