

NITEC CRYSTAL[®] T

Nickelverfahren zur Erzielung gleichmässiger, blendarmer Nickelschichten

Im Vergleich zum Glanznickel werden mit **NITEC CRYSTAL[®]**-Verfahren gleichmässige, blendarme Nickelschichten mit definierter Schichtstruktur erzeugt. Die Überzüge sind sogar auf polierten Metalloberflächen kaum reflektiv und sind beständig gegen Fingerabdrücke und kleine Kratzer.

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 ₂ O)	410 – 460 g/L	435 g/L	430 – 500 g/L	465 g/L
Nickelchlorid (NiCl ₂ x 6 H ₂ O)	20 – 40 g/L	30 g/L	20 – 40 g/L	30 g/L
Borsäure (H ₃ BO ₃)	40 – 45 g/L	42 g/L	40 – 45 g/L	42 g/L
NITEC Crystal[®] Carrier TW	15 – 22 mL/L	20 mL/L	20 – 25 mL/L	22 mL/L
NITEC Crystal[®] Carrier TS	3 – 10 mL/L	6 mL/L	3 – 10 mL/L	6 mL/L
NITEC Crystal[®] 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 **NITEC Crystal[®] Additive T**, weitere Zusätze werden nicht empfohlen.

Sollwerte

	Gestell		Trommel	
	Min	Max	Min	Max
Nickel (Ni ²⁺)	100	110 g/L	105	120 g/L
Chlorid (Cl ⁻)	7	13 g/L	10	10 g/L
Borsäure (H ₃ BO ₃)	40	45 g/L	42	42 g/L

Ansatz

In einen separaten Behälter werden $\frac{2}{3}$ 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 **RIASORB 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 **NITEC Crystal® Carrier TW**, **NITEC Crystal® Carrier TS** ohne Verdünnung zugegeben. Das **NITEC Crystal® 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 $\frac{1}{2}$ – 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 **NITEC Crystal® 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	52 °C (50 – 55 °C)	48 °C (45 – 50 °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	2 – 7 A/dm ²	0,5 – 1,5 A/dm ²
Anodische Stromdichte	1 – 3 A/dm ²	1 – 3 A/dm ²
Elektrolytspannung	4 – 10 Volt	> 10 Volt
Abscheiderate	bei 5 A/dm ² ca. 1,0 µm/min.	bei 1 A/dm ² 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

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 kWh können somit prozessbedingt variieren. NITEC Crystal® Carrier TW 0,5 – 1,5 L/10 kWh NITEC Crystal® Carrier TS 0,8 – 1,7 L/10 kWh

Zu niedrige Konzentrationen der **NITEC Crystal®** 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 **NITEC Crystal® 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 **NITEC Crystal®**-Verfahren ist problemlos möglich. Entsprechende Anlagentechnik muss jedoch berücksichtigt werden. Gerne berät Sie unser technischer Aussendienst.

Wirkungsweise der Badbestandteile

NITEC Crystal® Additive T

Das **NITEC Crystal® Additive T** ist verantwortlich für das Erreichen des gewünschten blendfreien Niederschlages. Mit steigender Menge der Zugabe des **NITEC Crystal® Additive T** intensiviert sich der Crystal-Matteffekt. Das **NITEC Crystal® 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 **NITEC Crystal® 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.

NITEC Crystal® Carrier TS

Der Gehalt an **NITEC Crystal® Carrier TS** kann analytisch erfasst werden. Wir empfehlen das Einhalten der empfohlenen Grenzwerte. Ein Mangel an **NITEC Crystal® 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.

NITEC Crystal® Carrier TW

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

Die **NITEC Crystal® Carrier TW** und - **TS** können für die Verwendung einer Dosierpumpe miteinander vermischt werden.

Wichtig !

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

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 **NITEC Crystal® 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 **RIASORB SF** mit einer Oberfläche von 1500 m²/g.

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.

Gewährleistung

Diese Betriebsanleitung beruht auf Labor- und Erfahrungswerten aus der Praxis. Auf eine vorschriftsmässige Anwendung unserer Produkte haben wir jedoch keinen Einfluss. Mit den in dieser Betriebsanleitung aufgeführten technischen Angaben und Daten können wir lediglich beraten, aber keine Haftung übernehmen, da das Arbeiten mit unseren Produkten den örtlichen Verhältnissen angepasst werden muss. Durch technischen Fortschritt bedingte Änderungen behalten wir uns vor.

Es gelten unsere Verkaufs- und Lieferbedingungen.

RIAG Oberflächentechnik AG
Murgstrasse 19a
CH- 9545 Wängi
Tel. + 41 (0) 52 / 369 70 70
Fax + 41 (0) 52 / 369 70 79
www.ahc-surface.com
info.waengi@ahc-surface.com

Analytik (Analysemethoden)

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 gelbgrün, über dunkelgrün, nach blau-violett titrieren

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

Nickelchlorid

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 = **B**

Verbrauch in mL x 0,709 = g/L Chlorid

Nickel

Reagenzien:	Pufferlösung pH 10 Komplexon III Lösung 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 Komplexon III Lösung 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	