
	TEKNISK DATABLAD	
	KJEMISK NIKKELBAD	
Jens Gundersen A/S	ENIGMA 12	DATO: 11.10.2022

## EGENSKAPER

Det kjemiske nikkelbadet DMK Enigma 12 feller ved kjemisk reduksjon ut svært homogene Nikkel-Fosfor-belegg med god korrosjonsbestandighet og glans. Fosforinnholdet i belegget ligger mellom 10 og 13 %, - avhengig av driftsbetingelsene.

Badets utfellingshastighet ligger mellom 8 og 13  $\mu\text{m}/\text{time}$

Enigma 12-prosessen utmerker seg ved god stabilitet, god pH-pufferkapasitet og høy avvikstoleranse.

Badet inneholder ikke bly, kadmium eller ammonium. Det utfelte belegget tilfredsstiller kravene i "End-Of-Life-Vehicle"-forordningen, ROHS-direktivet og WEEE (Waste Electrical and Electronic Equipment). Kravene i følgende normer er også tilfredsstilt: AMS 29074, ASTM B 733, AMS 2404, ISO 4527.

## NYSETTING

Til nyansettelse av 100 liter kjemisk nikkelbad brukes:

<b>6,0 liter</b>	<b>Enigma 12 Del A</b>	<b>Sp. vekt: 1,256</b>
<b>15,0 liter</b>	<b>Enigma 12 Del B</b>	<b>Sp. vekt: 1,260</b>

## DRIFTSBETINGELSER

Kar	:	Inntil ca. 400 liter: Kar av Polypropylen (PP) kan brukes. Fra ca. 400 liter: Edelstål med nøye glattede sveiseskjøter. Anodisk beskyttelse anbefales.
Filtrering	:	Dykkcentrifugalpumpe med filter med kapasitet 10 ggr. badvolumet. Filterfinhet 1 - 5 $\mu\text{m}$ .
Oppvarming	:	Varmekolber
Temp.regulering	:	Over termostat
Avsug	:	Påkrevet
Badbevegelse	:	Lett luftinnblåsing eller varebevegelse anbefales
Temperatur	:	88 - 92 °C
pH	:	4,2 - 4,6
Nikkelinnhold	:	6,0 g/l
Utfellingshastighet	:	8 - 13 $\mu\text{m}/\text{h}$ , avhengig av driftsbetingelser og badets alder.

Fortsettes side 2.

### TILBLANDING

Karet behandles før bruk med 50 Vol.% løsning av salpetersyre og skylles deretter grundig. Det rene karet fylles halvfullt med avionisert vann og tilsettes så den foreskrevne mengde Enigma 12 Del A og B. Deretter fylles karet med avionisert vann til det endelige volumet. pH-verdien vil være 4,4 - 4,5. Dersom andre verdier er ønskelig, må pH justeres til ønskede verdier ved tilsetning av natriumkarbonatløsning (7 %), ammoniakk (15 %) eller svovelsyre (10 %) under god omrøring.

Etter oppvarming til driftstemperatur og god filtrering er badet klart til bruk.

### VEDLIKEHOLD / RÅD FOR DRIFTEN

Etterfylling av forbrukskjemikalier:

Ved produksjon i Enigma 12-badet må innholdet etterjusteres løpende ved bruk av

**Enigma 12 Del A    Sp. vekt: 1,256**

**Enigma 12 Del C    Sp. vekt: 1,215**

**pH-reguleringstilsetninger (Natriumkarbonat eller Ammoniakk)**

Enigma-tilsetningene inneholder stabilisator i tillegg til de nødvendige mengder nikkel og reduksjonsmiddel.

Dersom badet etterjusteres for sjelden, synker konsentrasjonen av stabilisator kraftig. Dette vil kunne forårsake klassiske "understabiliseringsfeil" som fornikling av pumpe og kar. (I ekstreme tilfeller kan hele badet berøres!) I slike tilfeller kan det ved oppjustering til korrekte verdier måtte tilsettes så store mengder kjemikalier at det på grunn av overkonsentrasjon av stabilisator kan oppstå feil i utfellingen.

Det optimale er derfor å dosere inn små mengder kjemikalier så ofte som mulig. Tilsetningene gjøres basert på kjemisk analyse av badet.

Beregning av nødvendige mengder kjemikalier for etterjustering:

De nødvendige mengder kjemikalier baseres på resultatet av en standard nikkelanalyse. Nedenstående tabell viser de nødvendige doseringsmengder for Enigma 12 Del A og Del C. I tillegg må pH-verdier justeres til korrekt verdi.

	Nikkel, g/l	Tilsetning pr. 100 liter badvolum	
		Enigma 12 Del A / l	Enigma 12 Del C / l
Optimalverdi:	6,0	0	0
	5,7	0,3	0,5
	5,4	0,6	1,0
	5,1	0,9	1,5
	4,8	1,2	2,0
	4,5	1,5	2,5

### Et lavere nikkelinhold må unngås!

Tommelfingerregel:

For hver 0,1 g/l Nikkel som mangler, tilsettes 100 ml Enigma 12 Del A og 165 ml Enigma 12 Del C pr. 100 liter badvolum.

Da det er lite hensiktsmessig med stadige nikkelanalyser, vil hyppig etterjustering med små tilsetningsmengder være lønnsomt. Særlig viktig ved høy badbelastning på mer enn 1 dm<sup>2</sup>/l. Dette vil hindre avvik og sikre en jevn kvalitet.

Følgende likninger forenkler beregningen av mengden av tilsetninger:

$$(\mu\text{m/h} \times \text{Min} \times \text{dm}^2)/76,4 = \text{ml Enigma 12 Del A}$$

$$(\mu\text{m/h} \times \text{Min} \times \text{dm}^2)/46,0 = \text{ml Enigma 12 Del C}$$

Man velger ønsket intervall for etterjustering og setter tallene inn i formelen.

Eksempel:

Man ønsker å etterfylle badet hvert 30 min - overflaten som skal fornikles er 120 dm<sup>2</sup> - og badet har en utfellingshastighet på 13 μm/h.

$$\text{nødvendig mengde ml Enigma 12 Del A} = (13 \times 30 \times 120)/76,4 = 613 \text{ ml Del A}$$

$$\text{nødvendig mengde ml Enigma 12 Del C} = (13 \times 30 \times 120)/46,0 = 1017 \text{ ml Del C}$$

Badet tilsettes altså 0,6 liter Del A og 1,0 liter Del C hvert 30 minutt. Endelig tilsetningsmengde ved produksjonsslutt gjøres i henhold til nikkelanalyse.

Det må aldri tilsettes kjemikalier når det henger varer i badet. Enigma 12 Del A og Enigma 12 Del C inneholder begge stabilisator som vil kunne gjøre vareoverflaten passiv.

Ved tilsetning av konsentrerte alkaliemengder uten tilstrekkelig omrøring, kan det eventuelt oppstå utfelling av nikkeldydroksid som vil kunne feste seg på vareoverflaten med poredannelse som resultat. Tilsetning av alkalie bør uansett alltid tilsettes der omrøringsintensiteten er høyest i badet, slik at overkonsentrasjon unngås.

Ved tilsetning av større mengder forsterkningskjemikalier kan det være gunstig å redusere bevegesintensiteten i badet.

Ved stor drag-out eller væsketap ved ompumping fra kar til kar, kan det i enkelte tilfeller være nødvendig å tilsette Enigma 12 Del B.

#### Utfellingshastighet:

Utfellingshastigheten for Enigma 12-badet ligger mellom 8 og 13  $\mu\text{m/h}$  og er svært avhengig av driftsbetingelsene.

#### Bestemmelse av utfellingshastigheten:

Et godt avfettet jernblekk med kjent overflate tørkes og veies på en laboratorievekt. Blekket henges så i det driftsklare badet i 15 minutter og veies så på nytt.

$$\frac{\text{vektforskjell (mg)} \times 76,4}{\text{tid (min)} \times \text{overflate (cm}^2)} = \text{utfellingshastighet } (\mu\text{m/h})$$

Utfellingshastigheten påvirkes særlig av følgende parametre (i denne rekkefølgen):

- 1) pH-verdi og badtemperatur
- 2) Innhold nikkell og hypofosfitt, badets alder
- 3) Badbelastning og varebevegelse

#### pH-verdi:

pH-verdien er viktig for badets utfellingshastighet, men har også stor innflytelse på fosforinnholdet i det utfelte belegget.

Ved pH-verdier i det lave området (4,2 - 4,5) vil det felles ut ca. 15  $\mu\text{m/h}$ . Belegget vil ha et høyt fosforinnhold (med bedre korrosjonsbeskyttende egenskaper).

Ved noe høyere pH (4,8 - 4,9) vil utfellingshastigheten øke til ca. 20  $\mu\text{m/h}$ , mens fosforinnholdet i belegget vil være lavere.

pH kan måles med egnet pH-papir, men et pH-meter er å foretrekke. (Prøven måles i bad som er kjølt ned til romtemperatur.

Til pH-korrektur bør alkalier som f.eks. ammoniakk, natriumkarbonat eller kaliumkarbonat benyttes. Natriumhydroksid eller kaliumhydroksid bør unngås, da disse vil kunne forårsake dannelse av tungløselig nikkellhydroksid.

Ammoniakk er å foretrekke da dette ikke vil danne noen uløselige nikkelforbindelser. Ammoniumsulfat har også mye bedre løselighet enn natriumsulfat eller kaliumsulfat. Dette vil bety enklere drift ved eldre bad - inntil 10 MTO uten krystalldannelse.

Ulempen med ammoniakk er de ugunstige forhold ved avgifting, samt luktbelastning i arbeidslokalene.

Fortsettes side 5

Natriumkarbonat (70 - 80 g/l) er også egnet. Ved tilsetning av dette i badet vil en CO<sub>2</sub>-utvikling finne sted. Dette vil bedre blandingen og vil dessuten motvirke dannelsen av nikkelhydroksid. Kaliumkarbonat er et dyrere produkt og fører raskere til krystalldannelse i badet.

#### Badbelastningen:

Badbelastningen er angivelsen av hvor stor vareflate som finnes i det aktuelle badvolum, og angis i dm<sup>2</sup> / l bad. Verdien bør ligge mellom 0,2 og 1,5 dm<sup>2</sup> / l.

Ved lave verdier for badbelastning er økonomien i driften dårlig (oppvarmingskostnader, hypofosfittforbruk). Ved høye verdier kan badet raskt komme utenfor de anbefalte konsentrasjonsgrenser dersom inndosering av tilsetninger ikke fungerer optimalt. Dette vil i uheldige fall kunne føre til fornikling av karet ved manglende inndosering eller til overstabilisering eller manglende kontroll av utfellingshastigheten ved for store tilsetningsmengder.

Utfelling av 10% av badets nikkelinnhold nås ved:

0,2 dm <sup>2</sup> /l	etter	233 min
0,5 dm <sup>2</sup> /l	etter	92 min
1,0 dm <sup>2</sup> /l	etter	46 min
1,5 dm <sup>2</sup> /l	etter	11 min

Eksempeltallene gjelder ved en utfellingshastighet på 10 µm / h.

#### Skylleprosesser:

Dersom kjemisk forniklede deler får henge lenge i skyllevann, kan dette i enkelte tilfeller forårsake mørke nikkelbelegg. Effekten vil avhenge av skylletiden og skyllevannets tilstand.

Ved konsentrasjoner på 30 - 40 ml/l kjemisk nikkelbad i skyllevannet vil det i løpet av 10 minutter skylletid kunne dannes mørke belegg på overflaten.

Det er på samme måte fare for flekkdannelse dersom forurenset skyllevann spruter på tørre nikkelbelegg og får tørke inn der.

Av denne grunn bør lange skylletider unngås og en effektiv håndtering gjennom tørkeprosessen sikres.

#### OMSTILLING FRA HØY-FOSFORBAD (ENIGMA 12) TIL MELLOM-FOSFORBAD (ENIGMA 9)

Enigma 12-badet med et fosforinnhold på 12 % kan på grunn av de spesielle Aktivator-Stabilisator-systemene enkelt stilles om til et bad med 9 % fosforinnhold.

En slik omstilling kan være hensiktsmessig når utfellingshastigheten og derved lønnsomheten ved driften av badet reduseres. Ved omstilling vil utfellingshastigheten kunne økes betraktelig. Dette vil gi bedret lønnsomhet gjennom hele badets levetid.

Omstillingen skjer enkelt ved at badet tilsettes 5 ml/l "Omstillingsløsning E12 til E9". Deretter drives badet enkelt videre med tilsetningene Enigma 9 Del A og Enigma 9 Del C.

### **NIKKELANALYSE**

#### Kjemikalieliste:

EDTA-løsning 0,1n (0,1 molar)  
Murexid  
Ammoniakk 25% pa  
Avionisert vann

10,0 ml kjemisk nikkelbad Enigma 12 pipetteres over i en 300 ml Erlenmeyerkolbe og fortynnes til 50 ml og tilsettes 10 ml ammoniakk 25 % pa.  
En spatelspiss Murexid løses i ca. 10 ml dest.vann under oppvarming. Noen dråper av denne løsningen tilsettes.  
Titrér med 0,1 n EDTA til omslag fra gulbrun til blåfiolett.

ml 0,1 n EDTA x 0,587 = g/l Nikkel

Badets nikkelinhold skal være 6,0 g/l.

For å øke nikkelinholdet med 1 g/l må det tilsettes 1000 ml Enigma 12 Del A pr 100 liter bad.

### **ANALYSE AV REDUKSJONSMIDDEL**

#### Kjemikalieliste:

Saltsyre, kons., pa  
Jodløsning 0,1n  
Natriumthiosulfatløsning 0,1n  
Stivelsesløsning 1% i vann  
Avionisert vann

5,0 ml kjemisk nikkelbad Enigma 12 pipetteres over i en 300 ml jodkolbe og tilsettes 50 ml avionisert vann. 20 ml saltsyre, kons. pa. tilsettes og kolben lukkes og settes på et mørkt sted i 30 minutter.

Fortsettes side 7

Titrér med 0,1n natriumthiosulfatløsning til fargeomslag fra brunt til gult. Tilsett så noen dråper stivelsesløsning og titrer videre til omslag til fargeløs.

$(50 - \text{ml } 0,1\text{n Natriumthiosulfatløsning}) \times 1,06 = \text{g/l Reduksjonsmiddel}$

Badets innhold av reduksjonsmiddel skal være 35 g/l.

For å øke innholdet av reduksjonsmiddel med 1 g/l må det tilsettes 430 ml Enigma 12 Del C pr 100 liter bad.

### **BELEGGETS HARDHET FØR OG ETTER VARMEBEHANDLING**

Det utfelte nikkel-fosfor-belegget har en hardhet på ca. 500 - 550 HV. Ved lagring vil hardheten øke noe.

Ved varmebehandling kan hardheten økes vesentlig.

Varmebehandling	ved 190 °C	-	16 timer	= ca. 700	HV 100
	ved 300 °C	-	2 timer	= ca. 700	HV 50
	ved 400 °C	-	1 time	= ca. 1000 - 1050	HV 50

Ved behandling over 400 °C anbefales bruk av ovn med oksygenfri atmosfære for å hindre misfarging grunnet anløpning av overflaten.

Fjerning av eventuelt feilpletterte belegg bør skje så snart som mulig da denne prosessen blir vanskeligere og mer tidkrevende med økt lagringstid.

### **KJEMISK FORNIKLING AV SINKSTØP**

Sinkstøp må pletteres med cyanidisk kobber før kjemisk fornikling; kobberbelegget må tetthetsprøves. Dette gjøres ved at noen testartikler dyppes i konsentrert saltsyre. Det må ved denne testen ikke være gassutvikling.

Dersom mangelfullt forkobrede deler tilføres det kjemiske nikkelbadet, er faren stor for at nikkelbadet blir ustabil.

For å starte den kjemiske utfellingen på de forkobrede delene, fylles noen jerndeleer med i trommelen.

### **MILJØ – UTSLIPP**

Skyllevannet og ubrukbare nikkelbad må avgiftes og nøytraliseres før utslipp til resipient. De lokale bestemmelser og konsesjonsvilkår for behandling av nikkelholdig vann må følges. Se for øvrig aktuelle HMS-datablad.

**FARER VED BRUK**

All håndtering må skje under hensyntagen til produktenes merking og som beskrevet i HMS-datablad for prosessen. Uavhengig av merking for øvrig, skal all håndtering av kjemikalier skje med største forsiktighet.

All originalemballasje inneholdende DMK-produkter er merket i henhold til gjeldende forskrifter. For å hindre skader, må alle kjemikalier kun benyttes i tråd med foreskrevet bruk.

**Jens Gundersen A/S**

Kristoffer Robins vei 13

0978 OSLO

Tlf: 22 02 69 90

E-mail: [galvano@jegu.no](mailto:galvano@jegu.no)

[www.jegu.no](http://www.jegu.no)