

Zusammenfassung

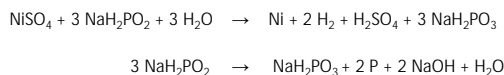
Das vorgestellte Atline-Analysensystem ProcessLab erlaubt die direkte Bestimmung der Nickelsulfat- und Hypophosphitkonzentrationen sowie der Alkalinität in stromlosen Nickelbädern. Alle relevanten Prozessparameter stehen unmittelbar nach der Probenahme zur Verfügung und erlauben die exakte Nachdosierung der verbrauchten Badkomponenten.

Durch den Einsatz von ProcessLab können stromlose Nickelbäder wirtschaftlicher und ökologischer betrieben sowie Betriebs- und Entsorgungskosten deutlich gesenkt werden. In besonderem Masse trägt dies auch zum schonenden Umgang mit Ressourcen und der Umwelt bei.

Einführung

Aus stromlosen Nickelbädern abgeschiedenes Nickel weist exzellente Eigenschaften auf. Die Beschichtungen zeichnen sich durch hervorragende Korrosionsbeständigkeit, gute Verschleiss- und Abriebsfestigkeit sowie hohe Härte aus. Chemisch abgeschiedenes Nickel bildet ferner sehr gleichmässige Schichten aus und scheidet sich sehr konturentreu ab, auch auf komplizierten Werkstoffen und innen liegenden Flächen. Infolgedessen kommt den stromlosen Nickelbädern in der Metallveredelung eine grosse Bedeutung zu.

In dem hier näher betrachteten Prozess werden Nickelionen in sauren Elektrolytbädern chemisch zum Metall reduziert. Als Reduktionsmittel wird Natriumhypophosphit eingesetzt, mit dessen Hilfe an der Werkstoffoberfläche eine sehr korrosionsbeständige Nickel-Phosphor-Legierung abgeschieden wird. Vereinfacht dargestellt laufen dabei die folgenden Reaktionen ab:



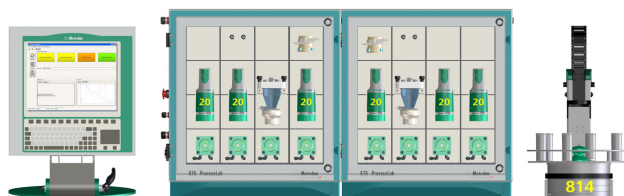
Die entscheidende Reaktion ist die Reduktion der Nickel- und Wasserstoffionen durch das Hypophosphit. Je schneller diese Reaktion erfolgt, desto weniger Phosphor wird in die Schichten eingebaut. Umgekehrt wird mehr Phosphor eingebaut, wenn dieser Vorgang langsamer abläuft. Schichten mit einem hohen Phosphorgehalt (10...14%) sind sehr resistent gegen Korrosion, während ein hoher Verschleisschutz eher mit niedrigeren Phosphorgehalten (3...7%) erzielt wird.

Da während des Abscheidungsprozesses Nickelionen und Hypophosphit kontinuierlich verbraucht werden, müssen die Konzentrationen dieser Komponenten innerhalb gewisser Toleranzen gehalten und laufend nachdosiert werden. Ferner steigt im Verlauf des Badeinsatzes die Konzentration von Sulfat und Orthophosphit (NaH_2PO_3) an, was bei längerem Betriebszeiten zum limitierenden Faktor wird. Da mehr Nickel als Phosphor abgeschieden wird, bildet sich im Verlauf des Prozesses mehr Schwefelsäure als Natronlauge, so dass der pH-Wert während der Nickelabscheidung sinkt und durch Zugabe von Natronlauge oder Ammoniak wieder angehoben werden muss.

Nur durch eine gute und reproduzierbare Bestimmung der prozessrelevanten Parameter können die verbrauchten Badkomponenten nachdosiert werden und eine optimale Prozessführung sichergestellt werden.

Das ProcessLab-Analysensystem

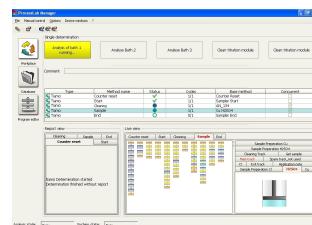
ProcessLab ist ein modular aufgebautes Atline-Analysensystem und besteht für diese Applikation aus einer Bedieneinheit und zwei Analysenmodulen.



Die Analysenmodule wie auch die Bedieneinheit befinden sich in einem robusten, spritzwassergeschützten Gehäuse und sind somit bestens für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld geeignet. Zur voll automatischen Probenidentifizierung und Analyse der Badproben wird ein Probenwechsler mit Barcodeleser eingesetzt.

Mit nur einem Analysensystem lassen sich alle prozessrelevanten Parameter bestimmen. Das System nimmt dazu automatisch das für die jeweilige Bestimmung erforderliche Aliquot, dosiert alle erforderlichen Reagenzien und Hilfsstoffe zu und führt vollautomatisch die Analyse durch. Am Ende einer Bestimmung wird das Messgefäss gereinigt, gespült und für die nächste Bestimmung vorbereitet.

Zur Systemkontrolle dient die anwendungsfreundliche Steuer- und Kontrollsoftware ProcessLab Manager. Die Oberfläche zeichnet sich durch übersichtliche Darstellung sowie intuitive Bedienung aus und erlaubt das Starten von komplexen Analysensequenzen mit einem einzigen Knopfdruck. Des Weiteren kann das System Statussignale weiterleiten, beispielsweise bei einer Unterschreitung eines Grenzwerts, oder die Badzusammensetzung kann in Form eines analogen 4...20-mA-Signals übertragen werden. Durch die einfache Prozesseinbindung stehen diese Informationen dem Bedienpersonal in der Leitwarte oder dem Prozessüberwachungssystem sofort zur Verfügung.



Vorteile des ProcessLab-Analysensystems

Das System ist für den Einsatz in der Produktion entsprechend robust aufgebaut und lässt sich dank konsequenter Modularität leicht an die jeweiligen Prozessvorgaben anpassen. Alle Analyseergebnisse werden in einer gemeinsamen Datenbank gespeichert und stehen für Überwachungs-, Steuerungs- und Regelaufgaben zur Verfügung. Die direkte Bestimmung der relevanten Badparameter und die damit verbundenen Nachdosierungen steigern die Qualität des Endprodukts und erhöhen den MTO (metall turnovers), also die Nutzungsdauer des Nickelbades. Auf Grund der erzielten Kosteneinsparungen liegt die Amortisationszeit für ein ProcessLab-System in der Regel weit unter drei Jahren.

Bestimmung der Prozessparameter

Nickel

Die voll automatische Bestimmung der Nickelkonzentration erfolgt mit Hilfe einer komplexometrischen Titration. Nach Zugabe einer Cu-EDTA-Pufferlösung zu einem Badaliquot titriert man mit einer EDTA-Lösung gegen eine Cu-ionenselektive Elektrode. Aus dem EDTA-Verbrauch lässt sich die Nickelkonzentration in dem Nickelbad ermitteln.

Hypophosphit

Die Hypophosphitkonzentration wird durch iodometrische Rücktitration ermittelt. Dazu wird die Probe angesäuert und mit einer definierten Menge Iodlösung versetzt. Das überschüssige Iod, das nicht durch Hypophosphit verbraucht wurde, wird dann mit Thiosulfatlösung gegen eine Pt-Titrode zurücktitriert. Aus der Menge an vorgelegtem Iod und verbrauchtem Thiosulfat lässt sich die Hypophosphitkonzentration im Nickelbad ermitteln.

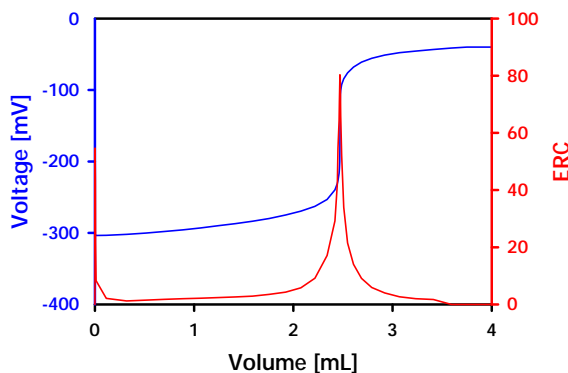


Abbildung 1: Typisches Beispiel einer Titrationskurve für die Hypophosphitbestimmung

Sulfat

Ein im Vergleich zum Orthophosphit weitaus stärker störendes Aufsalzungsprodukt ist das sich anreichernde Sulfat, welches das Kristallwachstum beeinträchtigt und für die Abnahme der relevanten Schichteigenschaften wie Korrosionsbeständigkeit, Härte und Abriebsfestigkeit verantwortlich ist. Sulfat wird durch Zugabe von Bariumchlorid als Bariumsulfat gefällt und der Bariumüberschuss mit EDTA gemäss der oben beschriebenen Nickelbestimmung zurücktitriert.

Alkalinität

Die Alkalinität, also das Säurebindungsvermögen, wird durch eine einfache Titration mit Salzsäure gegen eine kombinierte pH-Glaselektrode ermittelt. Die während des Beschichtens entstehende Schwefelsäure reduziert das Säurebindungsvermögen des Bades und erfordert zusätzliche Natronlauge- beziehungsweise Ammoniakzugaben.