

XRF-Inline-Lösungsanalyse der Zink-Nickel-Konzentration von galvanischen Bädern

Von Dr. Marcus Glaum

Zink-Nickel-Beschichtungen sind aufgrund ihrer ausgezeichneten korrosionsschützenden Eigenschaften weit verbreitet. Entscheidend für die Qualität dieser und anderer metallischer Beschichtungen ist es, dass sich die Zusammensetzung des galvanischen Bads in einem engen Toleranzfenster bewegt. Nur so können die gewünschten Schichteigenschaften erreicht werden. Für eine effiziente Badüberwachung und -steuerung bietet sich die Inline-Messung per Röntgenfluoreszenzanalyse an.



Galvanische Bäder für die Behandlung von industriellen Verbindungselementen



Abb. 1: Der Fischerscope XAN Liquid Analyzer



Abb. 2: Ausstattung mit vier Messzellen sowie jeweils separaten Zu- und Abläufen

Galvanikbäder unterliegen prozesstechnischen Schwankungen, die einen erheblichen Einfluss auf das Abscheideverhalten und die hieraus resultierende Beschichtungsstärke haben können. Um den Abscheidungsprozess besser kontrollieren und ohne übermäßigen Ausschuss durchführen zu können, müssen die Badlösungen regelmäßig überwacht werden durch möglichst häufige Lösungsanalysen. Im Falle eines galvanischen Bads mit Zink-Nickel-Lösung sind mindestens vier Zink-Nickel-Badanalysen pro Stunde erstrebenswert. Dazu wird die Metallkonzentration des Bads bisher manuell im Betriebslabor überprüft, beispielsweise nasschemisch, mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) oder auch über die Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES).

Röntgenfluoreszenz als Schlüsseltechnologie für die Badanalyse

Da genannte manuelle Messverfahren jedoch sehr zeit- und kostenintensiv sind, finden die Badkontrollen in der Regel nur ein- bis zweimal täg-

lich statt, womit die angestrebte Häufigkeit nicht erfüllt werden kann. Aufgrund des zeitlichen Versatzes von Entnahme und Prüfung ist außerdem eine Badsteuerung in Echtzeit nicht möglich. Eine Automatisierung der Messung gestaltet nicht nur den Prüfprozess in vielerlei Hinsicht deutlich effizienter, sondern sichert darüber hinaus auch eine gleichbleibende Qualität der Produkte.

Die chemischen Analyseverfahren lassen sich zwar prinzipiell automatisieren. Aufgrund der hohen Salzfracht und Aggressivität der Zink-Nickel-Bäder bietet sich allerdings vorzugsweise das Röntgenfluoreszenz-Messverfahren für die Automatisierung an, da es im Vergleich zu den anderen Verfahren ohne weitere Probenvorbereitung auskommt.

Automatisierte Inline-Qualitätskontrolle für Elektrolytlösungen

Die Helmut Fischer Gruppe, marktführender Messtechnikspezialist für Schichtdickenmessung und Materialanalyse, hat für diese Herausforderungen eine Lösung entwickelt. Der Fischerscope XAN Liquid Analyzer erfüllt im Zusammenspiel mit der

leistungsstarken und bewährten Software WinFTM alle Anforderungen an die Inline-Lösungsanalyse von galvanischen Bädern (Abb. 1).

Das vollautomatisierte Inline-XRF-Messgerät analysiert hochpräzise und kontinuierlich die Metallkonzentration von bis zu vier galvanischen Bädern. Über das Touchdisplay werden sowohl die Messergebnisse angezeigt als auch das gesamte Messsystem zentral gesteuert. Die Kalibrierung erfolgt ebenfalls vollautomatisch. Der Fischerscope XAN Liquid Analyzer eignet sich dabei nicht nur für die Kontrolle von Zink-Nickel-Bädern, sondern auch für die Überwachung weiterer galvanischer Bäder aus Zink, Nickel, Gold, Chrom, Rhodium oder Palladium.

Wartungsarm durch innovative Messzelle

Die Schlüsselkomponente des Inline-Messgeräts ist die Messzelle. Dabei handelt es sich um eine robuste Durchflusszelle, die inhouse speziell für die prozesstypischen Temperaturen, pH-Werte, Salzbelastungen, Lösungsmittel und Partikelbelastungen entwickelt wurde. Bestehend aus be-



Abb. 3: Großer Touchscreen mit intuitiver Bedienoberfläche, weitere Monitore direkt am jeweiligen Galvanikbad

sonders strapazierfähigen Werkstoffen erweist sich die Messzelle als besonders langlebig.

Bei einem Testaufbau unter kontrollierten Laborbedingungen mit einer typischen Zink-Nickel-Lösung konnte eine Messzellen-Standzeit von über einem Jahr erreicht werden. Die Standzeit kann jedoch variieren, da sie unter anderem individuell abhängig von der Frequenz der Spül- und Reinigungszyklen, von der Zusammensetzung der Beschichtungsbäder und deren Temperaturen sowie von den Umgebungsbedingungen ist. (Abb. 2).

Ausstattung mit vier Messzellen sowie jeweils separaten Zu- und Abläufen

Durch die standardmäßige Ausstattung des Messgeräts mit vier Inline-Messzellen sowie jeweils separaten Zu- und Abläufen steht jedem zu überwachenden galvanischen Bad eine gesonderte Messzelle zur Verfügung. Damit wird die Badzuführung erheblich vereinfacht, Ventile werden eingespart und wechselseitige Kontaminationen verhindert. Darüber hinaus können bei Bedarf die Bauteilmaterialien je Kanal speziell auf das Kunden-Elektrolyt angepasst werden.

Für reibungslose Abläufe im Fertigungsprozess

Der Fischerscope XAN Liquid Analyzer ist entweder direkt über eine geräteseitige Badpumpe oder über eine kundenseitige Ringleitung mit dem Galvanikbad verbunden. Sobald die zu analysierende Lösung der Durchflussmesszelle im Gerät zugeführt wird, wird über diese vollautomatisch und per Röntgenfluoreszenzmessung der Metallgehalt geprüft. Die Messwerte werden in Echtzeit auf einem Bildschirm (HMI) angezeigt oder unmittelbar via Feldbuskoppler in die übergeordnete Steuerung exportiert. Die Besonderheit dabei: Die Messdaten können gleichzeitig auf weiteren externen Monitoren, bspw. direkt am Galvanikbad, angezeigt werden. Der Bediener der Anlage hat so die aktuellen Messwerte immer im Blick und kann bei Abweichungen schnell reagieren, selbst wenn das Messgerät in einem separaten Raum steht (Abb. 3).

Marktführende Messperformance

Um eine XRF-Messung mit einer klassischen nasschemischen Analyse (Titration) zu vergleichen, wurden mit beiden Verfahren Messungen an einem typischen Zink-Nickel-Bad durchgeführt. Ein typisches Zink-

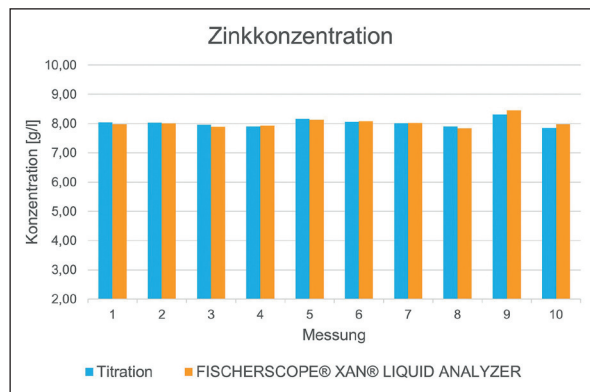


Abb. 4: Messergebnisse zur Zinkkonzentration, ermittelt durch Titration und gemessen mit dem Fischerscope XAN Liquid Analyzer

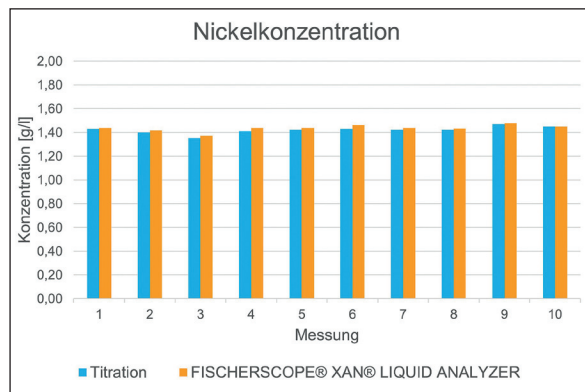


Abb. 5: Messergebnisse zur Nickelkonzentration, ermittelt durch Titration und gemessen mit dem Fischerscope XAN Liquid Analyzer

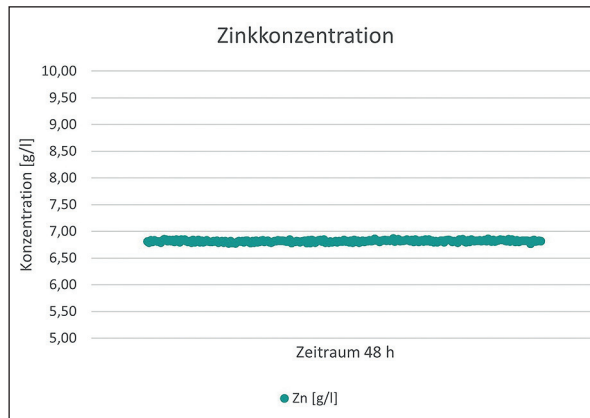


Abb. 6: Messergebnisse zur Zinkkonzentration, gemessen mit dem Fischerscope XAN Liquid Analyzer über einen Zeitraum von 48 h

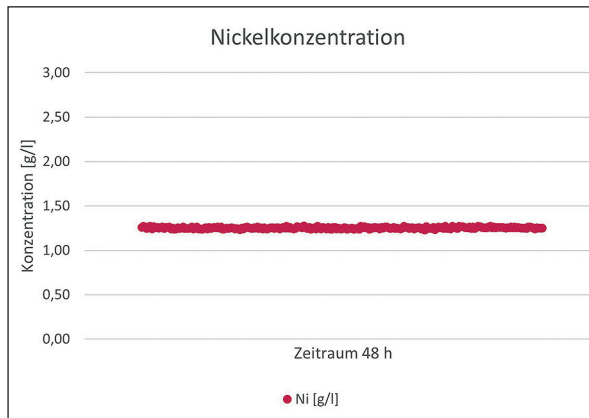


Abb. 7: Messergebnisse zur Nickelkonzentration, gemessen mit dem Fischerscope XAN Liquid Analyzer über einen Zeitraum von 48 h

Nickel-Bad setzt sich aus 5-15 g/l Zink und 0,5-2 g/l Nickel zusammen. Aus 10 Messungen, die mit dem Fischerscope XAN Liquid Analyzer mit einer Messzeit von jeweils 10 s durchgeführt wurden, ergeben sich für die Zinkkonzentration und die Nickelkonzentration die Messergebnisse in den *Abbildungen 4 und 5*.

Die Messergebnisse zeigen für die Bestimmung der Zink- und der Nickelkonzentration eine enge Übereinstimmung miteinander. Die Bestimmung der Metallkonzentration eines galvanischen Bads mittels XRF-Messung ist also im Hinblick auf die Messpräzision sehr gut vergleichbar mit der Titration.

Um das performante Messverhalten des Inline-XRF-Messgeräts weiter deutlich zu machen, wurde mit dem Fischerscope XAN Liquid Analyzer eine weitere Messreihe über einen Zeitraum von 48 Stunden an dem

Zink-Nickel-Bad durchgeführt. Die Messergebnisse zeigen die *Abbildungen 6 und 7*.

Die Ergebnisse demonstrieren, dass der neue Analyzer von Helmut Fischer eine sehr gute Wiederholpräzision liefert. Mit einer Messzeit von 10 s pro Messung konnte ein Mittelwert von 6,82 g/l für die Zinkkonzentration ermittelt werden, wobei der Variationskoeffizient bei nur 0,26 % liegt. Für die Nickelkonzentration wurde mit einer Messzeit von 10 s pro Messung ein Mittelwert von 1,26 g/l ermittelt und ein Variationskoeffizient von 0,71 %. Damit befindet sich das Zink-Nickel-Bad innerhalb der vorgegebenen Toleranzen, wie auch *Tabelle 1* verdeutlicht.

Der Fischerscope XAN Liquid Analyzer erweist sich als gut geeignete Lösung zur effizienten Inline-Überwachung der Metallkonzentrationen in galvanischen Bädern. Das XRF-Mess-

gerät punktet dabei nicht nur mit sehr hoher Messpräzision und Wiederholgenauigkeit der Messergebnisse. Durch die vollautomatisierte und kontinuierliche Analyse von bis zu vier Galvanikbädern über vier separate, langlebige Messzellen entfallen zeitaufwändige und kostenintensive händische Stichproben. Messdaten werden in Echtzeit geliefert und ermöglichen damit eine Qualitätskontrolle in Galvaniken, die bedeutend schneller und erheblich wirtschaftlicher ist. So können Galvanikbetriebe eine gleichbleibend hohe Qualität ihrer galvanischen Beschichtungen sicherstellen.

QR-Code/
Link



www.liquid-analyzer.com

www.helmut-fischer.com

	Zink	Nickel
Mittelwert [g/l]	6,82	1,26
Standardabweichung [g/l]	0,018	0,009
Variationskoeffizient [%]	0,26	0,71

Tab. 1: Übersicht über Mittelwert, Standardabweichung und Variationskoeffizient der Zink- und der Nickelkonzentration



DER AUTOR

Dr. Marcus Glaum
Sales Inline Solutions, Helmut Fischer GmbH Institut für Elektronik und Messtechnik