



Application Note AN-PAN-1012

Analisi in linea del contenuto di ioni di nichel e ipofosfito in bagni di nichelatura chimica

Il nichel puro è un metallo bianco argenteo estremamente duro, resistente alla corrosione e duttile. A causa di queste notevoli caratteristiche, il metallo è ampiamente utilizzato nei rivestimenti e nell'ingegneria delle superfici con molte applicazioni. La nichelatura chimica è una tecnica chimica autocatalitica per depositare uno strato di lega di nichel-fosforo sulla superficie di un pezzo solido. Il processo si basa sulla presenza chimica di un agente riducente (ipofosfito di sodio) che reagisce con gli ioni metallici per la deposizione. Tuttavia, la durata del bagno di placcatura sostanze chimiche è limitato,

quindi esiste un requisito critico di controllo del processo per monitorare automaticamente il consumo di sostanze chimiche. Poiché il bagno viene utilizzato per periodi più lunghi, l'elettrolita viene sovraccaricato di prodotti di reazione che influiscono negativamente sulle caratteristiche della superficie e dello strato dei pezzi.

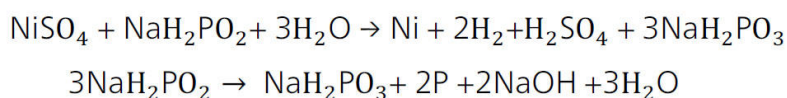
Questa nota applicativa sul processo presenta un metodo per monitorare regolarmente i costituenti attivi del bagno in un bagno di nichelatura chimica per garantire che venga depositato uno strato uniforme di lega di nichel-fosforo.

INTRODUZIONE

I bagni di nichelatura chimica facilitano la riduzione chimica degli ioni di nichel al metallo nei bagni di elettroliti acidi. Qui, ipofosfito di sodio (NaH_2PO_2) è usato come agente riducente; con il suo aiuto, sulla superficie del materiale si deposita una lega di nichelfosforo molto resistente alla corrosione.

La reazione decisiva è la riduzione chimica degli ioni nichel e idrogeno da parte dell'ipofosfito che porta al nichel depositato e all'idrogeno gassoso (**Reazione 1**). Una piccola formazione di gas idrogeno indica una

deposizione di nichel mancante o lenta. Più rapida si verifica questa reazione, minore è la quantità di fosforo nel rivestimento. D'altra parte, più fosforo è contenuto nel rivestimento quando la reazione viene rallentata. I rivestimenti con elevate quantità di fosforo (10–14%) sono molto resistenti alla corrosione, mentre una maggiore resistenza all'abrasione si ottiene più facilmente con un basso contenuto di fosforo (3–7%).



Reaction 1. Reazione del deposito di nichel chimico.

Poiché gli ioni di nichel e l'ipofosfito vengono consumati continuamente durante il processo di deposizione, le concentrazioni di questi componenti devono essere mantenute entro tolleranze definite e reintegrate continuamente per mantenere una qualità costante nel prodotto finale.

Quando il bagno di placcatura è in uso, le concentrazioni di solfato e fosfito di sodio (NaH_2PO_3) aumentano costantemente; questo diventa il fattore limitante quando la vasca viene utilizzata per lungo tempo. Poiché viene depositato più nichel rispetto al

fosforo, si forma più acido solforico che idrossido di sodio mentre il processo continua. Ciò porta ad una diminuzione del pH durante la deposizione di nichel che deve essere nuovamente aumentato con l'aggiunta di idrossido di sodio o ammoniaca. Solo la determinazione esatta e riproducibile dei parametri rilevanti per il processo può garantire che i componenti del bagno consumati possano essere reintegrati correttamente per garantire un controllo ottimale del processo.

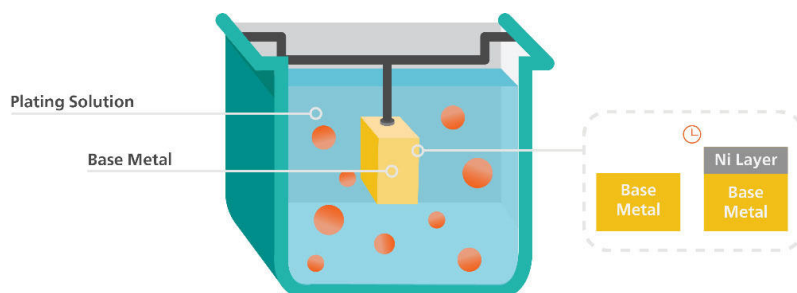


Figure 1. Diagramma schematico del processo di nichelatura chimica.

APPLICAZIONE

Il monitoraggio online del contenuto di pH, nichel e ipofosfito è possibile con il **Analizzatore di processo 2060** da Analisi di processo Metrohm (**figura 2**). Tutte le fasi di manipolazione dei liquidi, come il prelievo di aliquote di campione, il dosaggio dei reagenti, la titolazione e la pulizia, vengono eseguite da pompe e burette controllate dall'analizzatore di processo.

L'analisi consiste nel trasferire un'aliquota del campione nel recipiente per l'analisi dell'alcalinità e del nichel o nel recipiente per la determinazione dell'ipofosfito di sodio.

L'analizzatore di processo 2060 consente il monitoraggio simultaneo di diversi parametri del bagno con un'unica misurazione, aumentando la frequenza di misurazione. Il nichel e il pH sono determinati mediante titolazione in linea (**Figura 3**), e l'ipofosfito di sodio è determinato mediante titolazione potenziometrica utilizzando un elettrodo di platino.



Figure 2. 2060 Process Analyzer

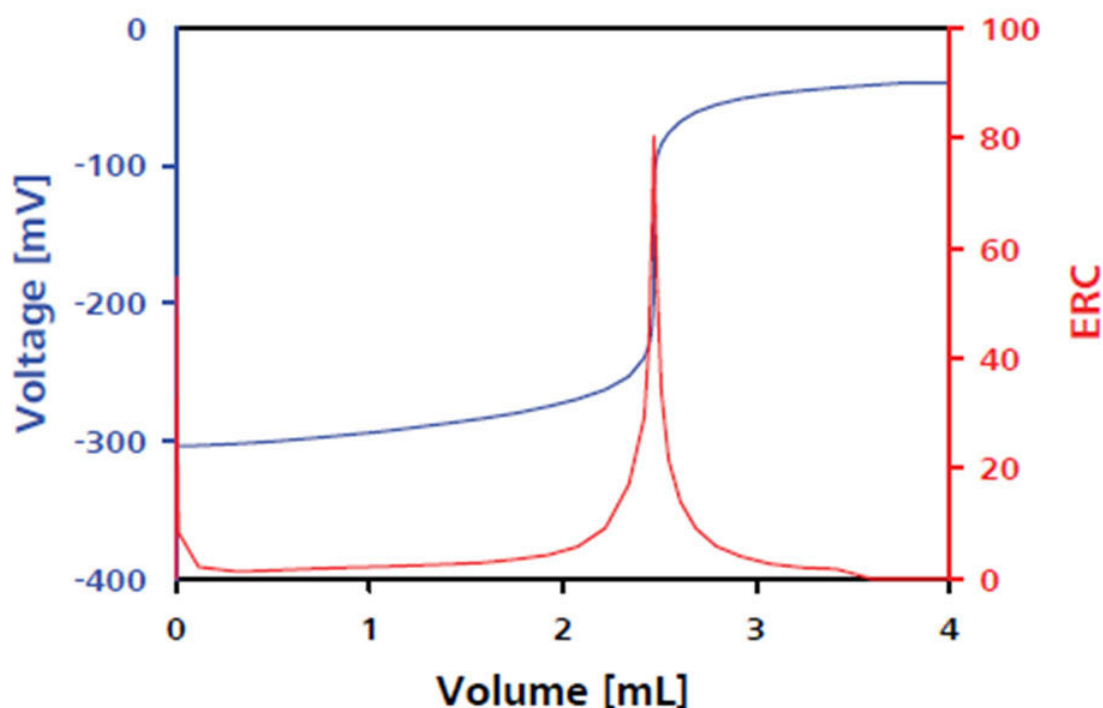


Figure 3. Curva di retrotitolazione dello iodio con tiosolfato. ERC: Criterio di riconoscimento del punto di equivalenza.

La raccolta manuale dei dati può influire sulla qualità del prodotto, ridurre la resa ed esporre il personale a condizioni pericolose. Questo robusto analizzatore di processo ha la flessibilità di riconoscere automaticamente l'endpoint di titolazione per garantire la riproducibilità dei risultati e un'elevata

affidabilità e precisione di erogazione dei componenti del bagno. L'analizzatore di processo 2060 può essere programmato per acquisire dati a intervalli regolari senza dover attendere i risultati di laboratorio e letture fuori specifica possono informare immediatamente gli operatori di agire direttamente.

Tabella 1. Parametri da monitorare nei bagni di nichelatura chimica

Analita	Gamma
Ni come solfato di nichel (NiSO_4)	<10 g/l
NaH_2PO_2	1–12 %
pH	4,5–5,0

CONCLUSIONE

Conoscere l'esatta concentrazione dei costituenti attivi del bagno in un bagno di nichelatura chimica è fondamentale poiché, se necessario, è possibile adottare misure precoci. Ciò include il rifornimento tempestivo dei componenti consumati per garantire una deposizione uniforme del rivestimento e la

separazione dei contaminanti formati. Il monitoraggio in linea dei bagni di placcatura garantisce la qualità del prodotto finale, il che significa rese più elevate e tempi di fermo ridotti, nonché una riduzione dei costi operativi estendendo la durata del bagno.

ULTERIORI LETTURE

Determinazione di acidi, basi e alluminio: industria galvanica – trattamento superficiale dei metalli

Analisi in linea e in linea di acidi e ferro nei bagni di decapaggio

VANTAGGI DELLA TITOLAZIONE NEL PROCESSO

- Aumento della qualità del prodotto finale e del fatturato dei metalli (MTO) grazie alla determinazione online dei parametri del bagno
- Diagnostica completamente automatizzata – allarmi automatici per quando i campioni sono fuori dai parametri delle specifiche
- Ambiente di lavoro più sicuro e campionamento automatizzato



CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



2060 Process Analyzer

Il 2060 Process Analyzer è un analizzatore chimico per via umida online adatto a innumerevoli applicazioni. Questo analizzatore di processo prevede un nuovo concetto di modularità che consiste in una piattaforma centrale, chiamata «armadio di base».

L'armadio di base è composto da due parti. La parte superiore contiene uno schermo tattile e un PC industriale. La parte inferiore contiene una parte flessibile a umido in cui è alloggiato l'hardware per l'analisi effettiva. Se la capacità di base della parte a umido non è sufficiente a risolvere le sfide delle vostre analisi, è possibile aggiungere all'armadio di base fino a quattro ulteriori armadi con parte a umido per garantire uno spazio sufficiente a risolvere le sfide anche delle applicazioni più impegnative. Gli armadi aggiuntivi possono essere configurati in modo tale da combinare ciascun armadio con parte a umido con un armadio per reagente con rilevamento del livello (non a contatto) integrato, in modo migliorare il tempo di funzionamento dell'analizzatore.

Il 2060 Process Analyzer permette di eseguire diverse tecniche chimiche per via umida: titolazione, titolazione Karl Fischer, fotometria, misurazione diretta e metodi di aggiunta standard.

Per soddisfare tutti i requisiti del progetto (o tutte le vostre esigenze), sono disponibili sistemi di preconditionamento del campione, a garanzia di una soluzione per analisi robusta. Possiamo offrire qualunque sistema di preconditionamento del campione, ad esempio sistemi di raffreddamento o riscaldamento, degassificazione e riduzione della pressione, filtraggio e tanto altro.