



Application Note AN-PAN-1064

Monitoraggio degli agenti complessanti nei bagni galvanici in linea con la spettroscopia Raman

Gli scopi principali dei bagni di processo galvanico comprendono il perfezionamento della superficie dei pezzi e la regolazione delle proprietà fisiche. A tal fine, gli additivi del bagno (ad esempio composti organici o agenti complessanti) vengono regolarmente aggiunti in quantità diverse, a seconda del carico di lavorazione. Poiché la composizione del bagno cambia continuamente a causa dell'introduzione dei pezzi, è necessario un attento monitoraggio della

concentrazione degli additivi del bagno per garantire che la qualità del prodotto finale sia al massimo livello. Questa nota applicativa al processo presenta un metodo per analizzare accuratamente gli **agenti complessanti** in linea nei bagni galvanici con un **analizzatore Raman 2060 di Metrohm Process Analytics**. Ciò consente il controllo del bagno in tempo reale e quindi un aumento dell'efficienza produttiva e della qualità del prodotto.

INTRODUZIONE

Il processo di galvanizzazione consiste nell'utilizzare l'elettricità per rivestire un materiale (ad esempio rame (Cu)) con uno strato sottile di un altro materiale (ad esempio nichel (Ni), zinco (Zn)), solitamente per motivi protettivi.

Lo zinco e le sue leghe (ad esempio Zn/Ni) sono alcuni dei principali materiali utilizzati per la protezione contro la corrosione dell'acciaio. Tuttavia, le leghe Zn-Ni vengono utilizzate principalmente perché sono da cinque a sei volte più resistenti dello Zn puro nel contrastare la corrosione [1].

Alla soluzione elettrolitica nel bagno vengono aggiunti additivi organici o agenti complessanti per migliorare il processo di deposizione e quindi la resistenza alla corrosione [2].

Durante il processo di galvanica, vengono utilizzati agenti complessanti per formare complessi con ioni metallici nella soluzione di placcatura elettrolitica. Questi complessi aiutano a mantenere gli ioni metallici in soluzione, prevenendone la precipitazione prematura o reazioni collaterali indesiderate. Le ammine, ad esempio, possono agire come agenti complessanti nei bagni alcalini Zn/Ni. Formano complessi stabili con ioni metallici (ad esempio Zn^{2+} e Ni^{2+}), impedendo loro di reagire con altri ioni. Ciò aiuta a controllare il potenziale di deposizione, a migliorare la conduttività e a sopprimere la

formazione di dendriti [3].

Tradizionalmente, il monitoraggio della concentrazione degli agenti complessanti nei bagni galvanici viene effettuato manualmente. Si tratta di un processo complicato, che comporta l'estrazione di campioni di bagno che devono essere trasportati in un laboratorio per l'analisi.

Queste azioni non solo non riescono a catturare la composizione in tempo reale dei bagni, ma comportano anche rischi per la sicurezza. Il ritardo tra la raccolta del campione e l'analisi può portare a risultati pregiudicati, poiché potrebbero verificarsi cambiamenti nel processo di galvanica prima del completamento dell'analisi.

L'utilizzo della spettroscopia Raman in linea affronta queste sfide consentendo l'analisi continua di componenti organici e inorganici, compresi gli agenti complessanti, in tempo reale. A differenza dei tradizionali metodi chimici umidi, la spettroscopia non richiede la preparazione del campione e può essere perfettamente integrata nel processo di galvanica. Ciò consente informazioni dettagliate minuto per minuto sulle condizioni del bagno e facilita un controllo più preciso sul potenziale di deposizione, sulla conduttività e sulla formazione di dendriti. Ciò non solo migliora l'efficienza, ma contribuisce anche alla sicurezza e all'affidabilità delle operazioni di

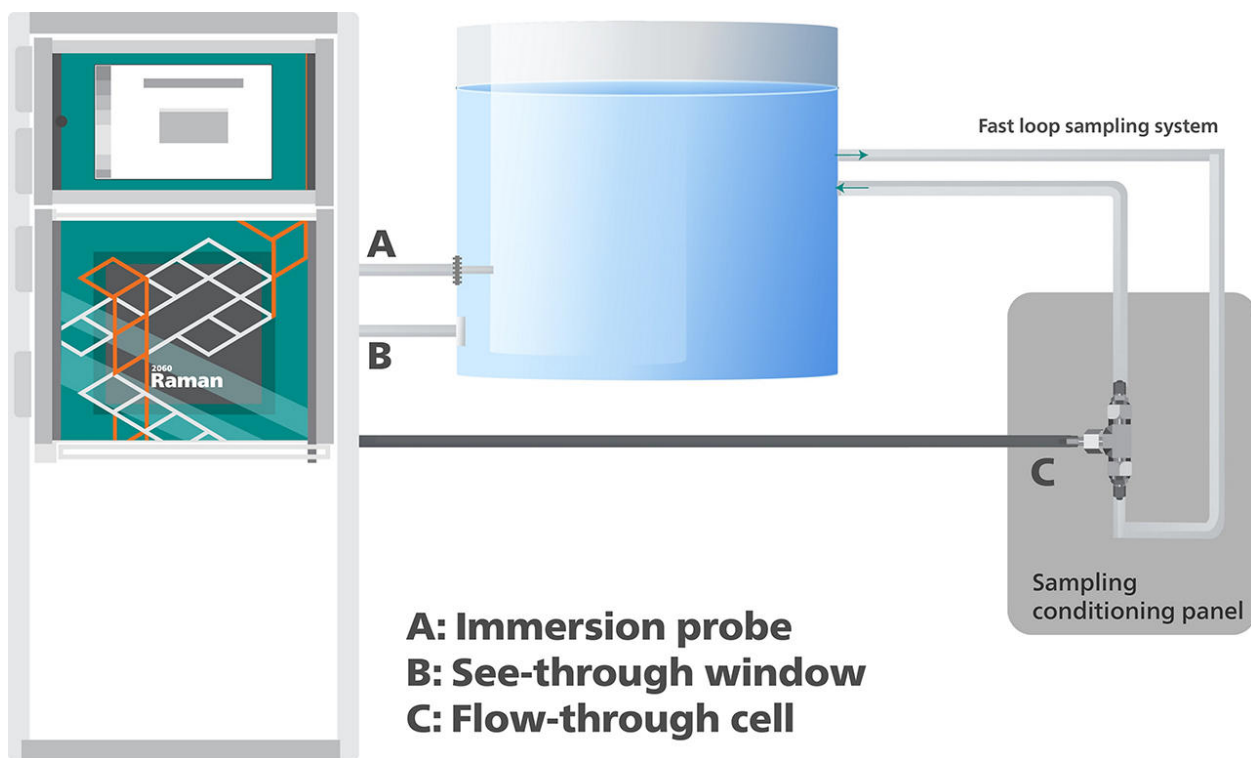


Figura 1. Illustrazione di una tipica configurazione su banco umido che mostra tre diversi modi (A–C) per collegarsi al bagno di processo galvanico per il monitoraggio continuo in linea della sua composizione con la spettroscopia Raman di processo.

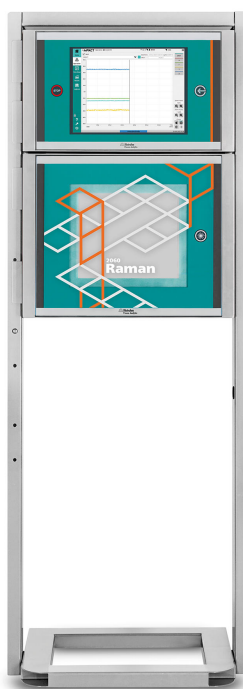


Figura 2. 2060 Raman Analyzer è ideale per l'analisi quantitativa in linea di agenti complessanti nei bagni galvanici.

APPLICAZIONE

Per l'analisi automatizzata durante le operazioni di routine, l'applicazione è sviluppata in anticipo da Metrohm Process Analytics. A questo scopo, gli spettri vengono registrati con l'analizzatore Raman 2060 (Figura 2). Gli spettri vengono correlati con i dati di un metodo di analisi di riferimento e viene creato un robusto modello di calibrazione.

Il modello di calibrazione viene utilizzato automaticamente nel processo. L'utente riceve i risultati della misurazione della concentrazione sia in forma tabellare che come grafico dell'andamento del processo (Figura 3). I valori possono essere trasferiti ad un sistema di controllo di processo tramite un'interfaccia di comunicazione di processo.

Tabella 1. Parametri di processo misurati dall'analizzatore Raman 2060 nei bagni galvanici.

	Concentrazione [g/L]
Additivi organici (elettroliti)	0–100 ± 0.5

RISULTATI

Il grafico delle tendenze nella Figura 3 mostra i risultati dell'analisi Raman in linea degli additivi organici in un bagno di placcatura galvanica rispetto all'analisi di riferimento eseguita manualmente. L'analisi in linea rileva molto meglio i cambiamenti del processo, consentendo ai produttori di regolare la composizione del bagno più rapidamente, risparmiando sui costi.

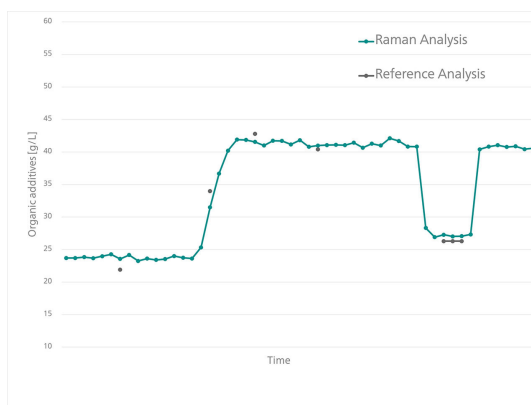


Figura 3. Grafico dell'andamento delle misurazioni Raman in linea effettuate dall'analizzatore Raman 2060 per la determinazione degli additivi organici.

NOTE

Un metodo di riferimento deve essere ancora in uso. Una gamma appropriata di campioni che coprano la variabilità del processo dovrebbe essere analizzata con entrambi i metodi (cioè riferimento primario e Raman) per costruire un modello Raman accurato. Vengono effettuate correlazioni con le specifiche del

processo. La sonda Raman corretta deve essere posizionata in situ in modo da garantire un contatto sufficiente del campione con la finestra della punta della sonda. La corretta progettazione della sonda e il corretto posizionamento nell'attrezzatura di processo sono estremamente importanti.

CONCLUSIONE

La spettroscopia Raman è una tecnica analitica di facile utilizzo che identifica liquidi e solidi in pochi secondi. L'analizzatore Raman 2060 di Metrohm Process Analytics è un sistema Raman ad alte prestazioni progettato per il monitoraggio di diversi

processi come la galvanica.

Insieme ai software Vision e IMPACT di Metrohm, l'analizzatore Raman 2060 può essere utilizzato per acquisire risultati in tempo reale, aumentare la produttività e ridurre i costi di produzione.

APPLICATION NOTES CORRELATI

- [AN-PAN-1012 Online analysis of nickel ion and hypophosphite content in electroless nickel plating baths](#)
- [AN-PAN-1018 Determination of acids, bases and aluminum: galvanic industry – metal surface treatment](#)
- [AN-T-223 Analysis of electroplating baths](#)

VANTAGGI DI RAMAN

- **Feedback in tempo reale** sul processo per garantire un elevato livello di controllo dei rivestimenti.
- Individuazione **precoce** dei guasti del bagno.
- **Parametri multipli** da una singola misurazione.
- Spettri Raman unici che fungono da impronte digitali specifiche per l'**identificazione del materiale**.



RIFERIMENTI

1. Leiden, A.; Kölle, S.; Thiede, S.; et al. Model-Based Analysis, Control and Dosing of Electroplating Electrolytes. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* **2020**, *111* (5), 1751–1766. <https://doi.org/10.1007/s00170-020-06190-0>.
2. Gezerman, A. O. Effects of Novel Additives for Zinc-Nickel Alloy Plating. *Eur. J. Chem.* **2019**, *10*, 118–124. <https://doi.org/10.5155/eurjchem.10.2.118-124.1834>.
3. Son, B.-K.; Choi, J.-W.; Jeon, S.-B.; et al. Concentration Influence of Complexing Agent on Electrodeposited Zn-Ni Alloy. *Appl. Sci.* **2023**, *13* (13), 7887. <https://doi.org/10.3390/app13137887>.

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



2060 Raman Analyzer

2060 Raman Analyzer è uno strumento di analisi di processo inline non distruttivo che utilizza la spettroscopia Raman per garantire il monitoraggio del processo preciso e in tempo reale. Grazie alle sue capacità di automonitoraggio, allo spettrometro ad alto rendimento e alla stabilità del laser di lunga durata, fornisce informazioni immediate sulla composizione chimica e consente regolazioni tempestive per un controllo ottimale del processo, garantendo una qualità costante del prodotto e migliorando l'efficienza operativa nel complesso.

Possono essere collegate allo strumento di analisi fino a 5 sonde e/o celle a flusso. Tutti i 5 canali possono essere configurati in modo indipendente l'uno dall'altro nel software proprietario integrato.