

Prozessmessverfahren zur Onlineüberwachung der Abscheidegeschwindigkeit an Chemisch-Nickel-Prozessen

Giebler, E.; Reich, A., Wendt, T.

1 Einleitung

Das Ziel der galvanischen oder chemischen Metallabscheidung ist, bestimmte funktionelle Schichteigenschaften (z. B. Korrosionsbeständigkeit, Härte, Duktilität, Leitfähigkeit) oder dekorative Eigenschaften (Farbe, Glanz) zu erreichen. Die Schichteigenschaften stellen somit die wesentlichen Qualitätsmerkmale der Metallabscheidung dar. Sie werden insb. durch die Dicke, die stoffliche Zusammensetzung und die Gefügeeigenschaften der Schicht bestimmt. Diese Eigenschaften ergeben sich wiederum aus den Bedingungen, unter denen der Abscheidungsprozess abläuft. Die Gewinnung von Informationen zur Metallabscheidung aus nasschemischen Lösungen hat infolge steigender Anforderungen an die zu erzeugenden Schichten eine zunehmende Bedeutung. In der industriellen Praxis ist eine messtechnische Überwachung der Metallabscheidung online nach wie vor schwierig, da geeignete Prozessmessverfahren fehlen.

2 Stand der Technik bei der Ermittlung der Abscheidegeschwindigkeit

Einer der wichtigsten Parameter der nasschemischen Metallabscheidung ist die Abscheidegeschwindigkeit. Sie muss bekannt sein, um spezifizierte Schichtdicken zu erreichen. Weiterhin hängen eine Reihe von Schichteigenschaften von der Abscheidegeschwindigkeit ab. Eine Onlinemessung der Abscheidegeschwindigkeit findet an industriellen Prozessen derzeit nicht statt. Vereinzelt werden Probekörperverfahren eingesetzt, bei denen Referenzmuster mitbeschichtet werden und die Abscheidegeschwindigkeit durch Differenzwägung ermittelt wird. Im Rahmen der Verfahrensentwicklung werden Quarzmikrowaagen angewendet, mit denen die Abscheidung mit extremer Auflösung und hoher Dynamik verfolgt werden kann. Für Prozessanwendungen lassen sich Quarzmikrowaagen wegen kurzer Sensorstandzeiten, mangelnder Robustheit und hohen Kosten jedoch kaum einsetzen.

3 Verfahren zur Messung der Abscheidegeschwindigkeit

3.1 Grundlagen

Grundlage des entwickelten Messverfahrens ist eine im nasschemischen Prozess inline durchgeführte Metallabscheidung auf einem Messprobekörper. Der Probekörper ist Teil eines Sensors, der die Probekörpermasse kontinuierlich messen kann. Die Basis der Massemessung ist ein in longitudinale Schwingungen versetzter Sensor. Der in diesem Fall stabförmig ausgeführte Sensor wird durch einen Quarz angeregt. Ein zweiter Quarz dient als Schwingungsempfänger und ermöglicht über eine Phasenregelung eine fortlaufende Eigenfrequenzschwingung, siehe Bild 1. Die Eigenfrequenz bildet die Massebelegung ab. Um aus dem Frequenzverlauf die Abscheidegeschwindigkeit zu ermitteln, ist eine Differenzierung nötig. Da hierbei hochfrequente Störungen stark verstärkt werden, muss eine geeignete Signalfilterung realisiert werden.

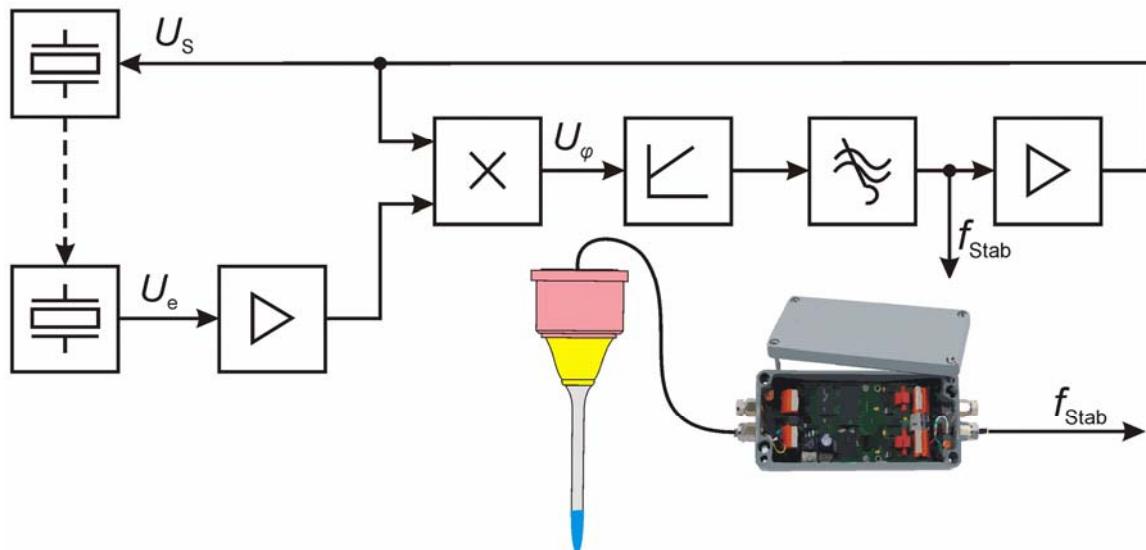


Bild 1: Prinzip des Sensors mit Eigenfrequenzregelung

3.2 Technische Realisierung

Als Probekörper dient eine Hülse, die passgerecht gefertigt auf die Spitze des Stabsensors aufsteckbar ist. Dort liegt die höchste Empfindlichkeit der Eigenfrequenz auf Masseänderungen vor. Auf dem Schaft des Sensorstabes erfolgt keine Abscheidung. Das wird erreicht, indem der Sensorstab entweder aus einem entsprechenden Material (z. B. Glas) gefertigt oder mit einer geeigneten Schutzschicht versehen wird. Eine Sensorhülse kann bis zum Erreichen einer maximalen Schichtdicke genutzt werden. Der Hülsenwechsel ist einfach und sollte auch unter betrieblichen Bedingungen mit wenigen Handgriffen möglich sein.

4 Messung der Abscheidegeschwindigkeit an Chemisch-Nickel-Prozessen

Das erste Anwendungsgebiet des neuartigen Messverfahrens sind Prozesse zur chemisch-reduktiven Abscheidung von Nickelschichten. Da die Eigenschaften der Nickel-Phosphor-Legierungsschichten (Korrosionsbeständigkeit, Duktilität, Härte u. a.) in besonderer Weise von den Abscheidebedingungen abhängen, stellen die Chemisch-Nickel-Verfahren hohe Anforderungen an die Prozessführung. Die Stabilisierung der Abscheidegeschwindigkeit ist nicht trivial, da diese in komplexer Weise insb. von den Stoffkonzentrationen und der Temperatur beeinflusst wird. Neben der Prozesskomplexität ist ein Onlineverfahren zur Überwachung der Abscheidegeschwindigkeit aus weiteren Gründen wünschenswert. So handelt es sich beim Chemisch-Nickel um vergleichsweise kostenintensive Verfahren, die für Anwendungen mit hohen Anforderungen (z. B. an die Gleichmäßigkeit, Korrosionsbeständigkeit und Härte der Schicht) eingesetzt werden. Ferner besteht bei außenstromlosen Nickelprozessen immer die Gefahr einer spontanen Elektrolytzersetzung bzw. einer Wildabscheidung an Behälterwänden etc.

Es fanden umfangreiche experimentelle Arbeiten im Labor- und Technikumsmaßstab mit industriellen Chemisch-Nickel-Verfahren statt. Es konnte gezeigt werden, wie sich Änderungen der Abscheidegeschwindigkeiten verfolgen lassen. In Bild 2 sind z. B. die Ergebnisse eines Versuchs dargestellt, bei dem die Nickelabscheidung durch eine Erhöhung der

Prozesslösungstemperatur beschleunigt wurde. Der in der Mitte des Diagramms dargestellte Verlauf der Eigenfrequenz lässt erkennen, wie sich nach Temperaturerhöhung eine schnellere Frequenzänderung einstellt; aus dieser kann die Masseänderung und somit die Abscheidegeschwindigkeit berechnet werden.

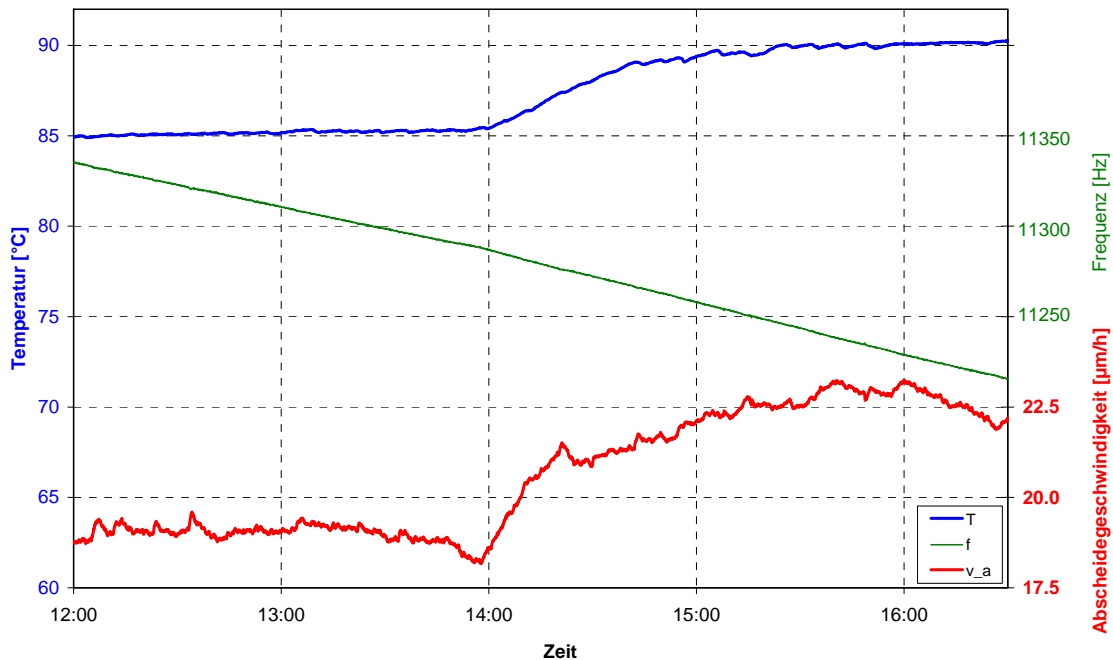


Bild 2: Chemisch-Nickel Veränderung der Abscheidegeschwindigkeit durch Temperaturänderung

5 Perspektive der Messtechnik

Es wurde ein neuartiges Messverfahren zur Onlinemessung der Geschwindigkeit nass-chemischen Abscheidvorgänge entwickelt. An Chemisch-Nickel-Prozessen konnte die Tauglichkeit des Messverfahrens gezeigt werden. Ein derzeit laufendes Forschungstransferprojekt verfolgt das Ziel, die Messtechnik zu einem industrietauglichen Produkt weiterzuentwickeln. Hierbei soll die Anwendbarkeit auf weitere chemische Verfahren sowie auf galvanische Beschichtungsverfahren erweitert werden. Im Jahr 2013 wird die Technik zur Onlinemessung der Abscheidegeschwindigkeit durch ein neu gegründetes Unternehmen in den Markt eingeführt.

Danksagung

Dieser Beitrag ist im Rahmen des aus Haushaltsmitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Arbeit (BMWA) über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ e.V. geförderten AiF-Vorhaben Nr. 15889 BR „Prozessmessverfahren zur Onlineüberwachung der Abscheidegeschwindigkeit an Chemisch-Nickel-Prozessen“ entstanden. Besonders möchten die Autoren dem verehrten Kollegen Herrn Prof. Dr.-Ing. Karl-Ulrich Kramm danken, der Ideengeber des sensorischen Grundprinzips war und als Projektleiter der kooperierenden Forschungseinrichtung HTWK Leipzig im August 2010 plötzlich und vollkommen unerwartet verstarb.