

Qualitätsgerechte Führung von Chemisch-Nickel-Prozessen

Reich, A.; Giebler, E.; Hauser, S.

1 Qualität erzeugen

Die Herstellung qualitativ hochwertiger Schichten im Bereich der nasschemischen Oberflächenbehandlung wird durch eine Vielzahl von Komponenten, die sowohl im Bereich der chemischen Verfahrenstechnik, der Anlagen- und Umwelttechnik sowie der Mess- und Automatisierungstechnik angesiedelt sind, bestimmt. Die Lösung dieser anspruchsvollen und zum Teil komplexen Aufgabe erfordert die Integration aller Komponenten zu einem einheitlich funktionierenden Ganzen, sodass unter Einbeziehung des Menschen Produkte bedarfs- und marktgerecht hergestellt werden können. Zielgrößen der nasschemischen Behandlungsverfahren sind dabei ausgewählte Eigenschaften der erzeugten Oberflächen wie Schichtdicke, Härte, Duktilität, chemische Zusammensetzung der Schicht, Homogenität, Rauigkeit, Defektstellen und Maßhaltigkeit. Diese Eigenschaften bestimmen die Qualität eines Produktes und sind somit Qualitätsmerkmale.

In den 90er Jahren erfolgte eine Umorientierung im Bereich der Qualitätssicherung. Unzufrieden mit der Höhe der qualitätsbezogenen Kosten wurden Ansätze unter dem Schlagwort „Qualität erzeugen“ im Gegensatz zu „Qualität erprüfен“ entwickelt, die darauf abzielen, den Produktionsprozess qualitätsorientiert durch Anwendung systemtechnischer Methoden der Prozessautomatisierung zu lenken [1]. Die Ziele für eine Automatisierung des Produktionsprozesses orientieren sich dabei stets an den Verfahrenszielen. Mittels Automatisierung müssen qualitätsrelevante Größen des Fertigungsprozesses (Prozessparameter) zielgerichtet beeinflusst werden, sodass Qualität erzeugt und nicht erst am fertigen Produkt durch Prüfung festgestellt werden kann [2].

Erschwerend für eine Automatisierung ist jedoch, dass die wenigsten Qualitätsmerkmale mit vertretbarem Aufwand während des Fertigungsprozesses sondern erst danach messbar sind. Im Allgemeinen sind zeitaufwendige und mit hohen Kosten verbundene Laboruntersuchungen notwendig. Eine Korrektur des Prozesses kommt deshalb immer nur den später hergestellten Produkten zugute.

Für eine automatische Stabilisierung der Qualitätsgrößen sind weiterhin Qualitätsmodelle nötig, welche die Qualitätsmerkmale mit den Prozessparametern (wie Temperatur, elektrischer Strom, pH-Wert, Stoffkonzentrationen) verknüpfen. Solche Modelle sind jedoch i. d. R. nicht zu finden. Der Prozess der Oberflächenbehandlung kann automatisierungstechnisch betrachtet als Qualitätsregelstrecke bezeichnet werden. Mit gängigen Methoden der Prozessautomatisierung lassen sich Strategien entwickeln, die sicherstellen, dass Qualitätsmerkmale zuverlässig in vorgegebenen Spezifikationen gehalten und Produkte anforderungsgerechter Qualität gefertigt werden. In [2] wird hier von Möglichkeiten einer echten Qualitätsregelung gesprochen.

Heutiger, in der Galvano- und Oberflächentechnik anwendbarer grundlegender Ansatz der Qualitätslenkung ist, die qualitätsrelevanten Größen auf vorgeschriebenen Sollwerten zu halten. Gelingt dies für alle Einflussgrößen, dann ist auch das Qualitätsmerkmal unter Kontrolle und es werden Produkte mit reproduzierbarer Qualität produziert.

2 Stabilisierung qualitätsrelevanter Parameter

Qualitätsrelevante Prozessparameter im Bereich der nasschemischen Oberflächenbehandlung sind:

- die Behandlungszeit: wird zumeist durch automatisierte Transportsysteme garantiert,
- die Konzentration von Badinhaltsstoffen: Gesamtheit von Hauptkomponenten, Zusatzchemikalien und Fremdstoffen
- der elektrische Strom bei galvanischen Prozessen,
- die Temperatur sowie
- die hydrodynamischen Verhältnisse an der Phasengrenze.

Diese Größen werden als Regelgrößen angesehen, welche von Automatisierungseinrichtungen auf den Sollwerten gehalten werden. Wenn der vollständige Satz Qualität beeinflussender Prozessgrößen stabilisiert wird, ist auch das Qualitätsmerkmal als eigentliche Zielgröße festgelegt.

Die folgenden Stör- und Einflussgrößen wirken einer Stabilisierung des Prozesses entgegen:

- Warenbehandlung: chemische und elektrochemische Reaktionen, die Stoffkonzentrationen verändern,
- veränderte Reaktionsgeschwindigkeiten bzw. Stromausbeuten,
- Einschleppung und Ausschleppung: Einbringen zusätzlicher Bestandteile und Entnahme von Prozesslösung, Volumenveränderung,
- Ausschleusen und Ergänzen von Prozesslösung
- Verdunstung: Aufkonzentrierung.

Deren Kenntnis kann den Entwurf einer angepassten Prozessführungsstrategie unterstützen.

Als wesentliche Aufgaben zur Sicherstellung konstanter Prozessbedingungen sind neben der Einhaltung der Temperatur und des elektrischen Stromes zunächst das Ergänzen der durch den Behandlungsprozess verbrauchten Einsatzstoffe zu sehen, sodass eine verfahrenstechnisch vorgegebene Sollkonzentration an Einsatzstoffen stets sichergestellt wird. Weiterhin sind die durch den Behandlungsprozess in das Prozessbad eingetragenen oder bei chemischen Reaktionen entstehenden Fremdstoffe, die ab einer bestimmten Störgrenzkonzentration zu Prozessstörungen führen können, zu entfernen (Bild 1). Ob dies manuell oder automatisch erfolgen muss, ist abhängig von der Prozessdynamik.

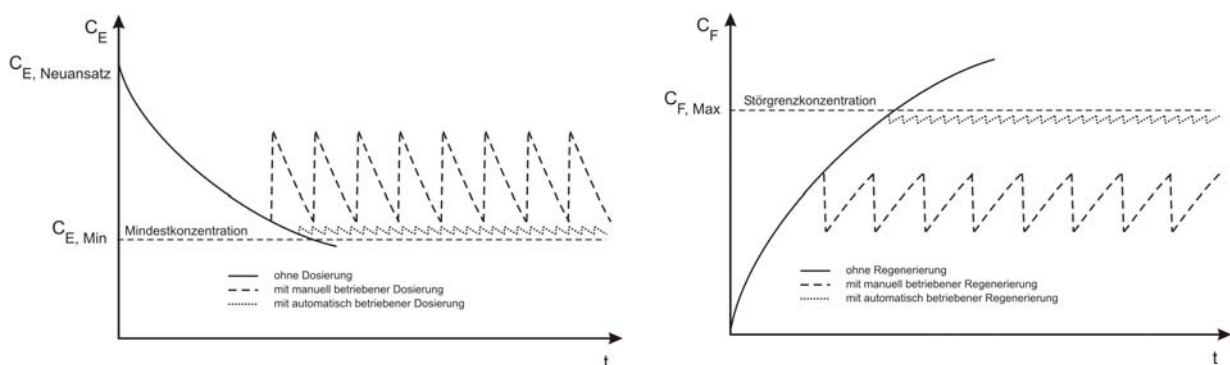


Bild 1: Konzentrationsverläufe von Einsatz- und Fremdstoffen

Alle bei der Entwicklung von Behandlungsverfahren und bei der Anlagengestaltung zu beobachtenden Tendenzen, wie:

- die Einengung des Arbeitsfensters insb. bei Prozesslösungen für hochwertige Schichten,
- die Steigerung der Produktivität durch kürzere Behandlungszeiten bei wachsender Stoffstromdichte und
- die Verringerung der im Einsatz befindlichen Menge an Prozesslösung (z. B. bei fertigungsflussintegrierten Anlagen)

bewirken eine Erhöhung der Prozessdynamik und stellen damit erhöhte Anforderungen an einen automatisierten Prozessbetrieb.

3 Prozessführung am Beispiel von Chemisch Nickel

Überträgt man die o. g. Aussagen, die allgemeingültig für alle Prozesse der Galvano- und Oberflächentechnik sind, auf die chemisch-reduktive Nickelabscheidung, so erfordert auch hier eine gleich bleibende Qualität eine über die Produktionszeit weitgehend konstante Zusammensetzung der Prozesslösung. Ein solcher bzgl. der Schichteigenschaften optimaler Arbeitspunkt kann entweder durch Teilverwurf oder Regenerierung (zumeist mittels Elektrodialyse) erreicht werden.

In [3] wurden dazu bereits durch Stoffstromanalysen für diese beiden Betriebsarten die Menge einzusetzender Chemikalien und entstehenden Abfalls ermittelt. Die für einen automatisierten Betrieb notwendigen Voraussetzungen (Online-Erfassung relevanter Prozessgrößen, Steuerung der Regeneriermaßnahmen, Dosierung von Einsatzchemikalien) werden ebenso herausgearbeitet. Die dargestellten Ergebnisse basieren dabei auf der Modellierung des Basisprozesses und eingesetzter Regeneratoren sowie der Simulation der genannten Betriebsregime und wurden durch eigene experimentelle Untersuchungen gestützt.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass beide Vorgehensweisen einen Betrieb an ausgewählten Arbeitspunkten ermöglichen. Die Vorgehensweisen unterscheiden sich bezüglich der Menge an Einsatzchemikalien sowie der Menge und der Zusammensetzung entstehenden Abfalls. Aus Sicht einer stoffverlustminimierten Prozesstechnik ist eine kontinuierliche Regenerierung zu bevorzugen. Sie bedeutet jedoch auch einen erheblichen Mehraufwand für Investitionen und Betrieb.

Ein kontinuierlicher Teilverwurf sichert a priori eine langzeitstabile Zusammensetzung der Prozesslösung. Die Mehrverbräuche für kontinuierlichen Teilverwurf stimmen mit denen bei konventionellem Betrieb von Chemisch-Nickel-Verfahren (Neuansatz, Nutzung bis zum Erreichen des spezifizierten Badalters, anschließender vollständiger Verwurf der Prozesslösung) überein und sind abhängig vom angestrebten, die Schichteigenschaften bestimmenden Arbeitspunkt (mto – metall turn over). Zudem geht das verfahrensspezifische Konzentrationsverhältnisse zwischen Reduktionsmittel- und Nickel-Komponente ein. Der konventionelle Betrieb führt aber zu Qualitätsschwankungen bei der Beschichtung (Bild 1) und aufgrund der Stillstandszeiten bei Verwurf und Neuansatz zu einer geringeren Produktivität.

Beide Vorgehensweisen führen bei einem automatisierten Betrieb zu vergleichbaren Anforderungen bzgl. Online-Messung von Einsatz- und Fremdstoffen und der Steuerung von Stoffströmen (Dosierung und Ausschleusen).

4 Erfahrungen aus der eigenen Praxis

Sowohl im Rahmen der Untersuchung von Möglichkeiten zur Regenerierung von Chemisch-Nickel-Elektrolyten als auch bei der Entwicklung der Abscheidegeschwindigkeitsmessung wurden umfangreiche experimentelle Arbeiten im Labor- und Technikumsmaßstab durchgeführt. Mit dem Ziel einer effektiven Versuchsdurchführung fand die Automatisierung der eingesetzten Anlagentechnik statt, wobei folgende Prozessführungsaufgaben realisiert wurden:

- Regelung von Temperatur, pH-Wert und Elektrolytvolumens
- Regelung der Nickelkonzentration mittels fotometrischer Messung und Steuerung der Dosierung der Nickelkomponente,
- Ergänzung des Reduktionsmittels, durch eine an Nickel gekoppelten Dosierung
- Regelung des Badalters mittels Dichtemessung (Abbildung der Anreicherung von Fremdstoffen) durch Steuerung des Teilverwurfs bzw. der Leistung einer Elektrodialyse.

In Bild 2 ist exemplarisch der zeitliche Verlauf der Prozessgrößen bei einer bewusst durchgeführten Veränderung der Prozessbedingungen (T, pH) dargestellt. Die Erhöhung der beiden Prozessgrößen führt zu einer Steigerung der Abscheidegeschwindigkeit, sprich zu einem Mehrverbrauch an Nickel. Dieser wird über die Regelung durch Anheben des Dosiervolumenstromes ausgeglichen. Bei hinreichender Kenntnis zu den in Abschn. 2 aus Sicht der Stabilisierung des Prozesszustandes genannten Stör- und Einflussgrößen (Warenstrom, ...) lässt sich aus dem Volumenstrom der Nachdosierung auch die Abscheidegeschwindigkeit prinzipiell schätzen. Die in Bild 2 eingetragenen mittleren Werte wurden über Referenzbleche ermittelt. In der Praxis ist eine solche Schätzung der Abscheidegeschwindigkeit jedoch wegen der ungenauen Kenntnis der Verschleppung (wechselndes Warenspektrum) nur eingeschränkt möglich.

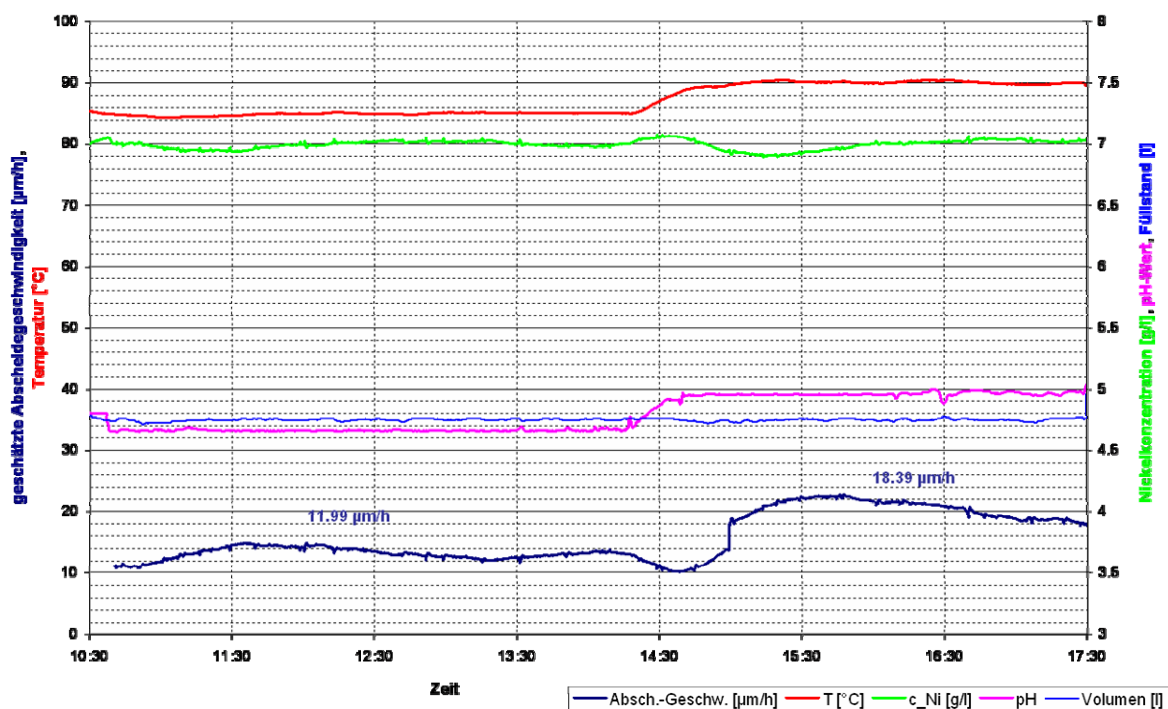


Bild 1: Verlauf der Prozessgrößen bei gezielten Veränderung der Prozessbedingungen

Bei der Auswahl einer geeigneten Messtechnik zur Onlineerfassung relevanter Prozessgrößen sind die Eigenschaften von Chemisch Nickel Verfahren zu berücksichtigen. Sowohl die Fähigkeit zum metallischen Beschichten als auch die hohen Temperaturen sowie die Bildung von feinstverteilten Bläschen durch entweichenden Wasserstoff sind zu beachten.

Mit der Einführung einer neuartigen Messtechnik zur Bestimmung der Abscheidegeschwindigkeit ergeben sich weitere Chancen einer qualitätsgerechten Prozessführung. Diese ordnen sich zwischen den genannten Möglichkeiten einer echten Qualitätsregelung und dem heute zumeist beschrittenen Weg der Stabilisierung des Prozesszustandes durch Regelung qualitätsrelevanter Parameter ein. Voraussetzung hierfür ist jedoch in Analogie zur Qualitätsregelung das Wissen über die Wirkung der Prozessparameter auf die Abscheidegeschwindigkeit. Ein Regler für die Abscheidegeschwindigkeit wäre dann in der Lage durch entsprechende Sollvorgaben für die Prozessparameter (z. B. T, pH, ...) diese konstant zu halten.

- [1] Eibl, M. u. a.: Qualitätslenkung mit Methoden der Prozeßführung - Grundlagen und Beispiele. Automatisierungstechnische Praxis 37 (1995) 2-6, S. S11-S28
- [2] Hauser, S.: Der geregelte Behandlungsprozeß - Ziele, Anforderungen, Möglichkeiten. Galvanotechnik 91 (2000) 10, 2910-2923
- [3] Hauser, S.; Giebler, E.; Neumann, K. H.; Reich, A.: Qualitätsgerechte Prozessführung von Chemisch-Nickel-Verfahren. Oberflächentage 2005, Innsbruck 09/05