

## Analisi dei bagni di nichel

### Nichel Electroless

È il più importante processo di deposizione catalitica del nichel, che non necessita di alimentazione elettrica.

Costituenti principali:

- Nichel solfato
- Sodio ipofosfito
- Complessanti (acidi organici saturi mono o bi o tri carbossilici, amino acidi, etilendiammine o pirofosfati)
- Stabilizzatori e Inibitori (Composti a base di Se, Te,  $\text{AsO}_2^-$ ,  $\text{IO}_3^-$ ,  $\text{MoO}_4^{2-}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ , acidi organici insaturi e zolfo, come la tiourea,)
- Aggiustatori di pH (ione  $\text{NH}_4^+$ )

### Bagni ad elettrodeposizione

Due processi basati sull'elettrodeposizione del nichel, simili tra loro, si sono affermati: il processo Watt e quello a base di Nichel solfammato

#### *Nichel Watt*

Costituenti principali:

- Nichel cloruro
- Nichel solfato
- Acido borico

#### *Nichel solfammato*

Costituenti principali:

- Nichel cloruro
- Nichel solfammato
- Acido borico

Additivi principali di entrambi i bagni ad elettrodeposizione: agenti anti stress (sorgenti di S come: saccarina, p-toluen solfonammide, m-benzen disolfonato, 1,3,6 sodio naftalen trisolfonato) agenti livellanti (es. 2 butin 1,4 diolo), agenti brillantanti, bagnanti e penetranti.

### Contaminanti

In questi bagni si ricercano metalli indesiderati quali:

Ferro (> 200 mg/l): aumenta lo stress interno dello strato.

Rame e zinco (> 10 mg/l): riducono la duttilità.

Alluminio (> 6 mg/l): crea effetti di angoli bruciati (burned corners).

Cromo e piombo: riducono la durezza e l'efficienza del trasporto di corrente, anche a basse concentrazioni.

### **Determinazione del Nichel**

Versare 10 ml di  $\text{KNO}_3$  0.1 M (1 g di  $\text{KNO}_3$  in 100 ml di acqua distillata) nella cella.

*Bagni di nichel solfammato:* Aggiungere 30  $\mu\text{l}$  di campione diluito 1+99.

*Bagni di nichel solfato / ipofosfito:* Aggiungere 0.2-1 ml di campione diluito 1+99.

Degasare 2 min.

Registrare il voltammogramma del campione

Effettuare le aggiunte di soluzione standard.

Soluzione standard per le aggiunte: 100 mg/l  $\text{Ni}^{2+}$

Volume aggiunte: 300 – 500  $\mu\text{l}$

Tecnica: DPV/a

Potenziale iniziale: -700 mV

Potenziale finale: -1300 mV

Velocità di scansione: 40 mV/sec.

### **Determinazione del Piombo**

Versare 10 ml di acqua distillata nella cella.

Aggiungere 200  $\mu\text{l}$  di campione.

Degasare per 2 minuti.

Registrare il voltammogramma del campione

Effettuare le aggiunte di soluzione standard.

Soluzione standard per le aggiunte: 1 mg/l Pb

Volume aggiunte: 100  $\mu\text{l}$

Tecnica: DPS/a

Potenziale di deposizione e iniziale: -500 mV

Potenziale finale: -200 mV

Tempo di deposizione: 60 s

Velocità di scansione: 40 mV/s

### **Determinazione del Cadmio**

Versare 10 ml di acqua distillata nella cella.

Aggiungere 200  $\mu\text{l}$  di campione.

Degasare per 2 minuti.

Registrare il voltammogramma del campione

Effettuare le aggiunte di soluzione standard.

Soluzione standard per le aggiunte: 1 mg/l Cd

Volume aggiunte: 100  $\mu\text{l}$

Tecnica: DPS/a

Potenziale di deposizione e iniziale: -800 mV

Potenziale finale: -400 mV

Tempo di deposizione: 60 s

Velocità di scansione: 40 mV/sec

### **Determinazione del Ferro**

Versare 10 ml di tampone TEA / NaOH (4.5 g di Trietanolamina + 0.8 g di NaOH in 100 ml di acqua distillata) nella cella.

Aggiungere 0.3 – 1 ml di campione.

Degasare per 10 minuti.

Registrazione del voltammogramma del campione. Se, dopo la prima scansione si nota che il picco del ferro costituisce una spalla poco pronunciata che precede un picco più alto, aggiungere 200 µl (o più) di EDTA- Na<sub>2</sub> 0.1 M.

Effettuare le aggiunte di soluzione standard.

Soluzione standard per le aggiunte: 10 mg/l Fe

Volume aggiunte: 100 – 400 µl

Tecnica: DPV/a

Potenziale iniziale: -700 mV

Potenziale finale: -1300 mV

Velocità di scansione: 40 mV/sec

### **Determinazione dei Cloruri**

Versare 10 ml di KNO<sub>3</sub> 0.1 M (1 g di KNO<sub>3</sub> in 100 ml di acqua distillata) nella cella.

Aggiungere 0.3 – 0.5 ml di campione diluito 1+99.

Degasare per 5 minuti.

Registrazione del voltammogramma del campione

Effettuare le aggiunte di soluzione standard.

Soluzione standard per le aggiunte: 10 mg/l Cl<sup>-</sup>.

Volume aggiunte: 500 µl

Tecnica: DPV/a

Potenziale iniziale: +100 mV

Potenziale finale: + 450 mV

Velocità di scansione: 30 mV/sec

### **Determinazione del Rame**

Versare 10 ml di tampone H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 0.1 M e HCl 0.2 M (0.9 g di H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> oppure 1.26 g di H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O, + 1.7 ml di HCl al 37% in 100 ml di acqua distillata) nella cella.

Aggiungere 0.2 ml di campione

Degasare 2 min.

Registrazione del voltammogramma del campione

Effettuare le aggiunte di soluzione standard.

Soluzione standard per le aggiunte: 1 mg/l Cu<sup>2+</sup>

Volume aggiunte: 300 µl

Tecnica: DPS/a

Potenziale di deposizione: -400 mV

Tempo di deposizione: 60 sec

Potenziale iniziale: -400 mV

Potenziale finale: 0 mV

Velocità di scansione: 40mV/sec.

### **Determinazione dell'Acido Borico**

Lavare accuratamente tutta la vetreria per eliminare ogni traccia di acidi.

Versare nella cella 10 ml di acqua distillata, aggiungere 0.1 g di  $\text{KNO}_3$ , 0.8 g di mannitolo e 100  $\mu\text{l}$  di bagno campione.

Attendete 30 minuti, poi degasare per 3 min.

Registrare il voltammogramma del campione

Effettuare le aggiunte di soluzione standard.

Soluzione standard per le aggiunte: 1 g/l  $\text{H}_3\text{BO}_3$

Volume aggiunte: 50  $\mu\text{l}$  (massimo 2 aggiunte)

Tecnica: DPV/a

Potenziale iniziale: -1000 mV

Potenziale finale: -1800 mV

Velocità di scansione: 100 mV/sec.

### **Determinazione della Saccarina**

Versare 10 ml di campione in un imbuto separatore da 100 ml.

Aggiungere 1 ml di HCl al 37% e 5 ml di alcol metilico.

Estrarre per 4 volte con 10 ml di etere etilico.

Riunire gli estratti eteri e portare a secco in evaporatore rotante.

Essicare per 10 min. in stufa a 110° C.

Riprendere il residuo con 10 ml di HCl 0.1 M (soluzione campione).

Versare 10 ml di HCl 0.1 M nella cella.

Aggiungere 50-300  $\mu\text{l}$  di soluzione campione preparata come sopra.

Degasare 2 min.

Registrare il voltammogramma del campione

Effettuare le aggiunte di soluzione standard.

Soluzione standard per le aggiunte: 1 g/l saccarina

Volume aggiunte: 100  $\mu\text{l}$

Tecnica: DPV/a

Potenziale iniziale: -900 mV

Potenziale finale: -1300 mV

Velocità di scansione: 30mV/sec.

### **Determinazione della Tiourea**

Versare 10 ml di acqua distillata nella cella

Aggiungere 50  $\mu\text{l}$  di  $\text{H}_2\text{SO}_4$  al 96 % e 1 – 3 ml di bagno da analizzare.

Degasare 10 min.

Registrare il voltammogramma del campione

Effettuare le aggiunte di soluzione standard.

Degasare 2 min. dopo ogni aggiunta.

Soluzione standard per le aggiunte: 10 mg/l tiourea

Volume aggiunte: 200  $\mu\text{l}$

Tecnica: DPV/a

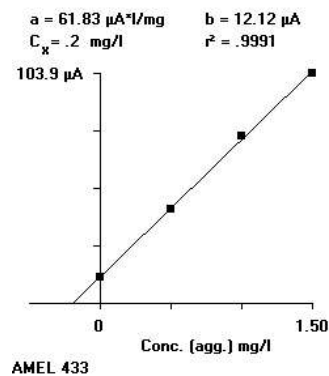
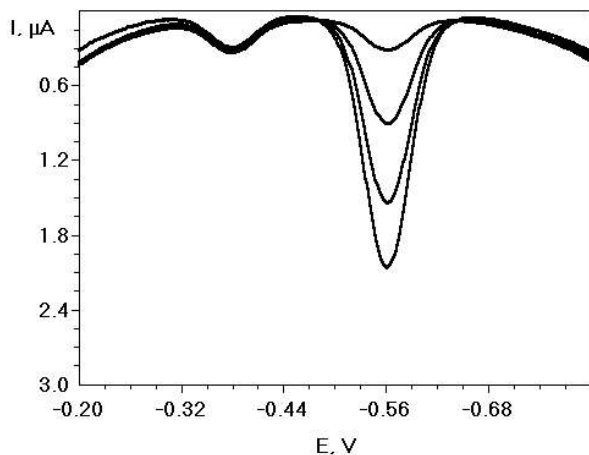
Potenziale iniziale: -250 mV

Potenziale finale: +300 mV

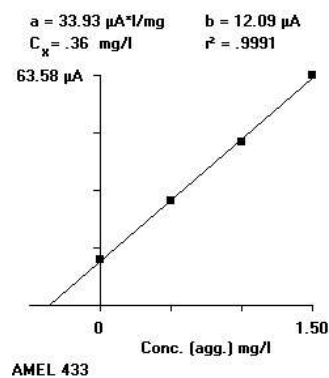
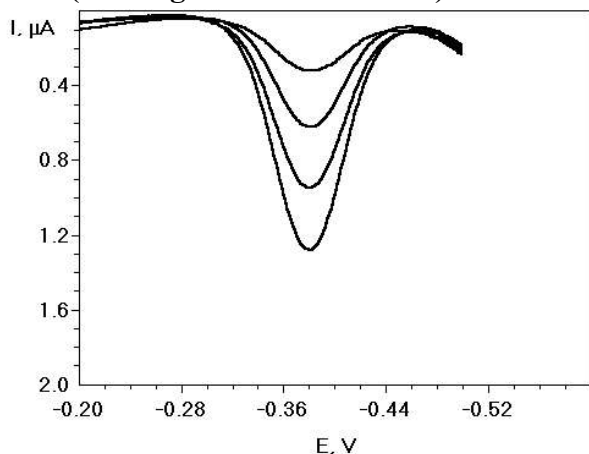
Velocità di scansione: 20mV/sec.

## Analisi dei bagni di nichel - ipofosfito

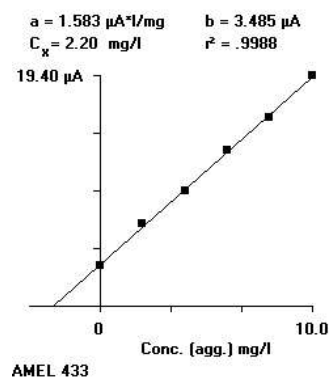
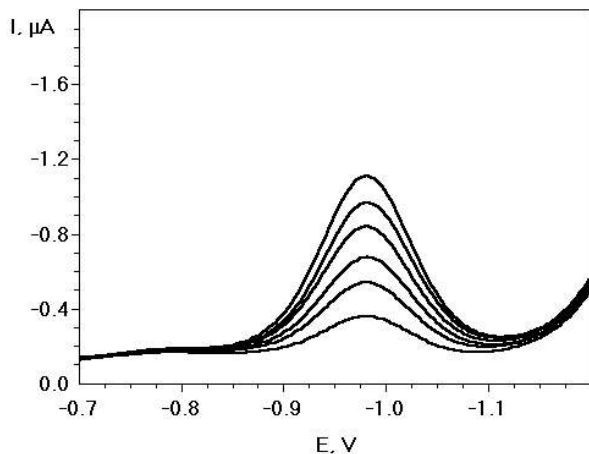
### Cadmio (0.2 mg/l – diluizione = 50)



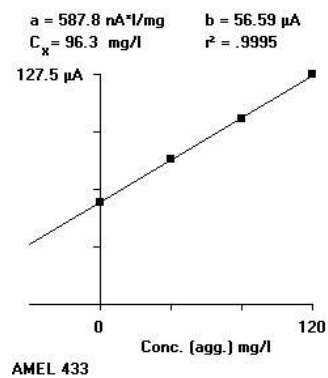
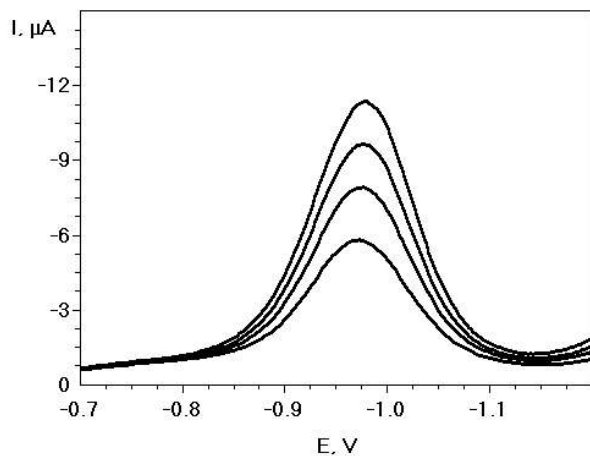
### Piombo (0.36 mg/l – diluizione = 50)



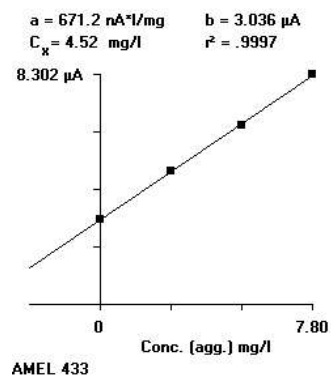
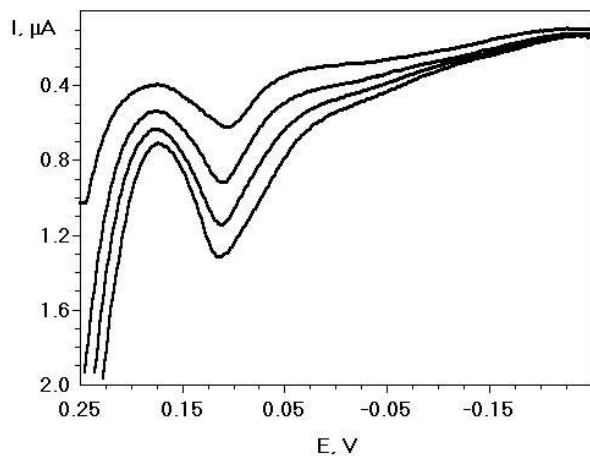
### Ferro (2.2 mg/l - diluizione = 20)



## Nichel (9.6 g/l – diluizione = 100)

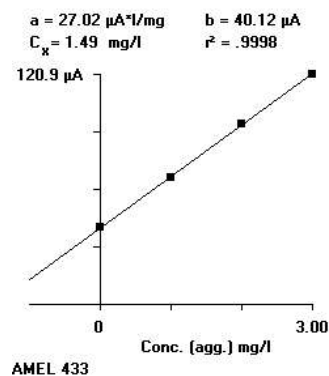
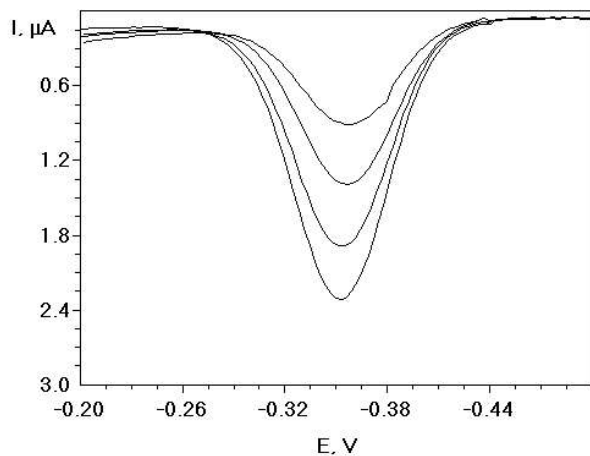


## Tiourea (4.5 mg/l – diluizione= 1)

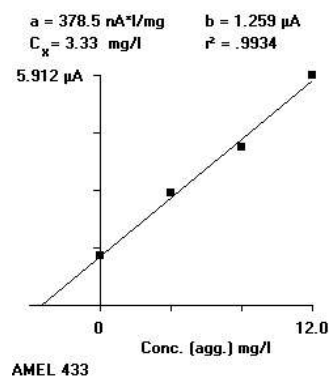
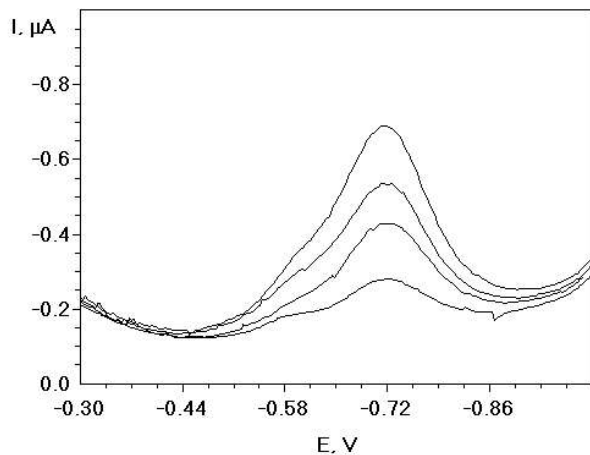


## Analisi dei bagni di nichel - solfamato

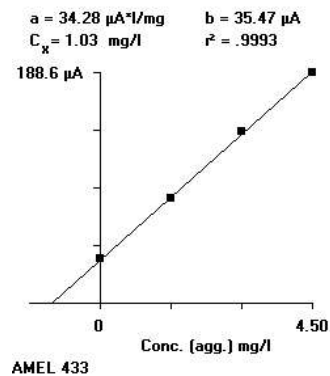
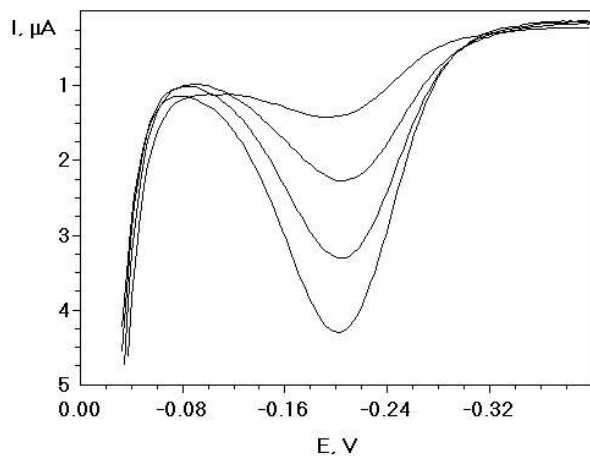
### Piombo (1.5 mg/l – diluizione = 50)



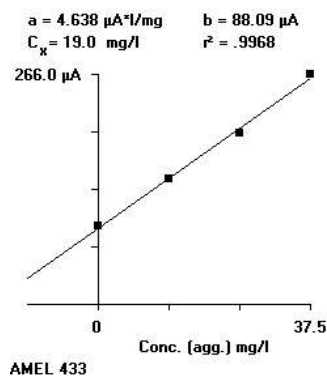
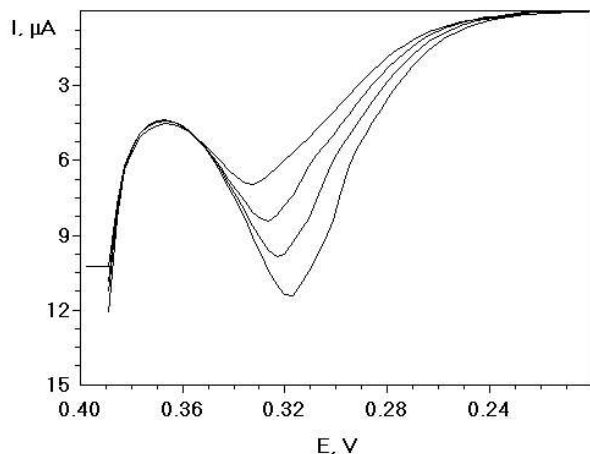
### Ferro (3.3 mg/l – diluizione = 10)



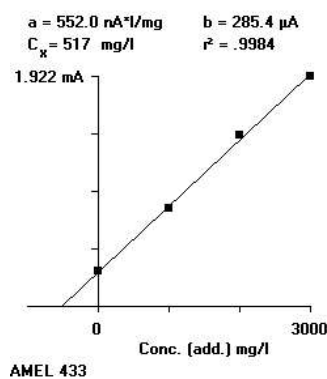
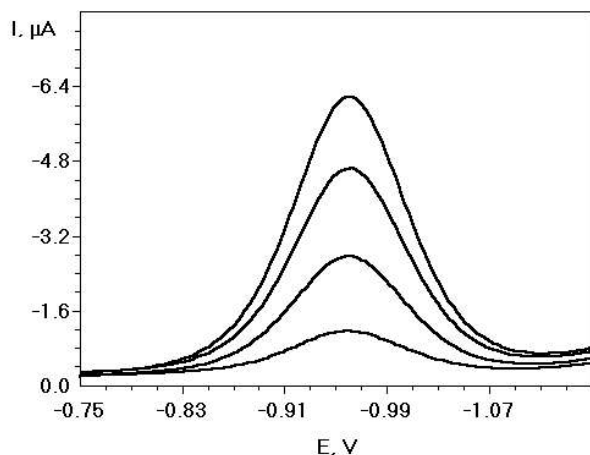
### Rame (1.0 mg/l – diluizione = 50)



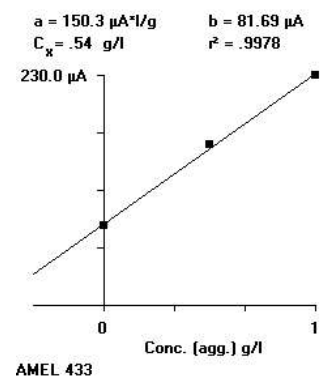
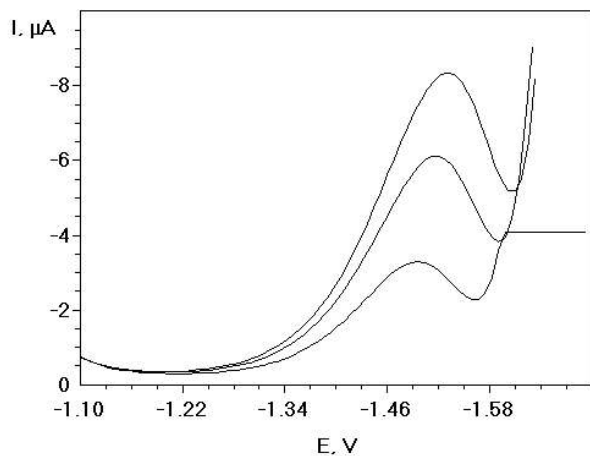
### Cloruri (1.9 mg/l – diluizione = 100)



### Nichel (52 g/l – diluizione = 100)



### Acido borico (0.54 g/l – diluizione =1)





## Saccarina ( 0.65 g/l – diluizione 3.3)

