

# ADI 2045VA Process Analyzer



Analyse von Schwermetallspuren und galvanischen Bädern

## Online Voltammetrie – ideal für eine schnelle und effiziente Prozesskontrolle

02

Die Polarographie/Voltammetrie (VA) ist eine elektrochemische Analysenmethode, die überwiegend zur Spurenanalytik von Metallen und zur Qualitätskontrolle von galvanischen Bädern eingesetzt wird. Anhand einer Strom-Spannungs-Kurve gibt die Methode zuverlässig Auskunft über Art und Menge der in einer gelösten Probe enthaltenen Substanzen. Dabei kann es sich sowohl um anorganische oder organische Ionen als auch neutral organische Stoffe handeln.

Als Online-Analyser direkt im Prozess eingesetzt, ermöglichen voltammetrische Messgeräte in vielen Industriebereichen eine schnelle und kosteneffiziente Prozesskontrolle, die mit einem Betriebslabor nicht zu leisten ist.

### **Empfindliche, genaue Spurenanalytik**

Die Bedeutung der Voltammetrie beruht auf ihrer hohen Empfindlichkeit und Genauigkeit sowie der Möglichkeit

der **Speziationsanalyse**. Voltammetrie wird daher häufig als Ergänzung und zur Validierung spektroskopischer Methoden eingesetzt und zeichnet sich aus durch:

- Niedrige Gerätekosten
- Vergleichsweise geringe Investitions- und Betriebskosten
- Kurze Analysezeiten

Die erforderliche Infrastruktur für ein voltammetrisches Messsystem ist bescheiden: Anwender benötigen lediglich elektrischen Strom und eine Stickstoffversorgung. Entlüftung, brennbare Gase und damit verbundene Sicherheitsanforderungen sind kein Thema. Das für die Multi-Mode-Elektrode (MME) benötigte Quecksilber befindet sich zur sicheren Handhabung in einem hermetisch verschlossenen Reservoir.

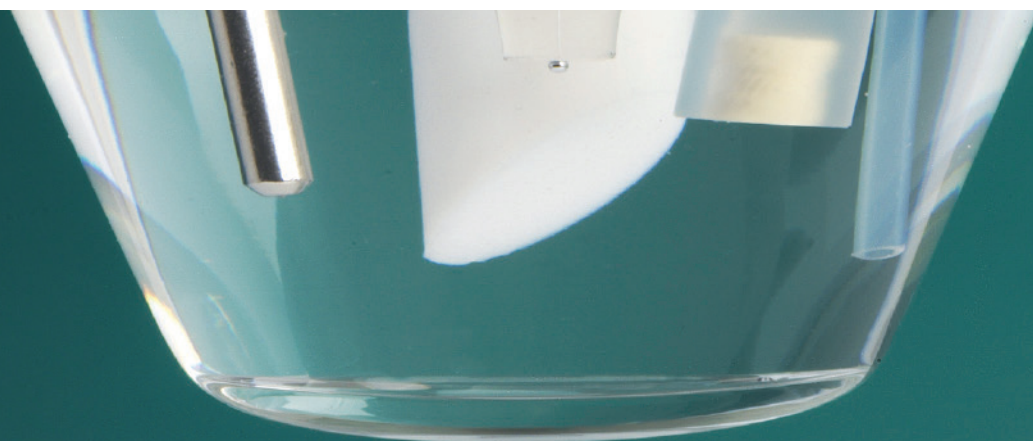
## Online Analyzer von Metrohm Process Analytics

Metrohm Process Analytics ist die Prozessmarke von Metrohm, dem weltweit führenden Anbieter im Bereich Ionenanalytik. Unter dem Namen Metrohm Process Analytics werden die bekannten Metrohm Applikon Prozessanalytoren sowie die Metrohm NIRSystems Instrumente für die Prozessanalytik vertrieben. Unser Portfolio umfasst Systemlösungen für die Titration, Spektroskopie, Elektrochemie, Photometrie, TOC, Ionenchromatographie sowie Messungen mit ionensensitiven Elektroden.

Metrohm Applikon verfügt über mehr als 40 Jahre Erfahrung in der Online-Analytik für die chemische Industrie, in der Abwasserbehandlung, in Kraftwerken, Raffinerien, Halbleiterherstellung und vielen anderen Bereichen

mehr. Unsere Analytoren werden direkt im Prozess eingesetzt, messen die jeweiligen kritischen Parameter rund um die Uhr und schaffen so die Voraussetzung für eine effiziente Prozesssteuerung und maximale Prozessausbeute.

Wir sind für Sie da: Bei der Ersatzbeschaffung bestehender Analysensysteme, bei der Entwicklung neuer Anwendungen oder bei der Beratung in technischen Fragen. Unsere Präsenz vor Ort und Nähe zum Kunden in über 50 Ländern bietet Ihnen kompetente und rasche Unterstützung in Vertriebs-, Applikations-, Projektierungsfragen und bei der Inbetriebsetzung.



# Grundlagen der Voltammetrie – ein Kurzüberblick

Die Voltammetrie ist eine elektrochemische Technik. Dabei wird durch das Anlegen eines Potentials ein Elektrodenstrom ausgelöst. Der Strom, der dabei fließt, wird gemessen.

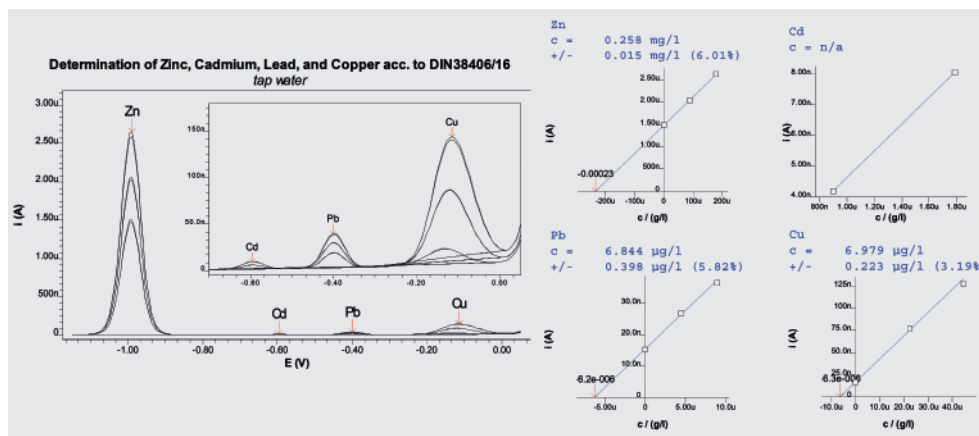
Aufgrund der hohen Empfindlichkeit dieser Technik lassen sich mit der kathodischen und anodischen Stripping Voltammetrie (CSV und ASV) Konzentrationen der betreffenden Analyten im Spuren- und sogar Ultraspurenbereich nachweisen.

## Stripping Voltammetrie

Durch das Aufprägen eines definierten Potentials über eine Zeitspanne werden Metalle an der Elektrode abgeschieden. In einem zweiten Schritt wird das Potential umgekehrt und das Metall von der Elektrodenoberfläche «gestript». Die Ströme, die während dieses Vorgangs fließen, sind äusserst gering und korrelieren direkt mit der Metall-Konzentration in der Lösung.

## Einfache Messung mit Speziationsbestimmung

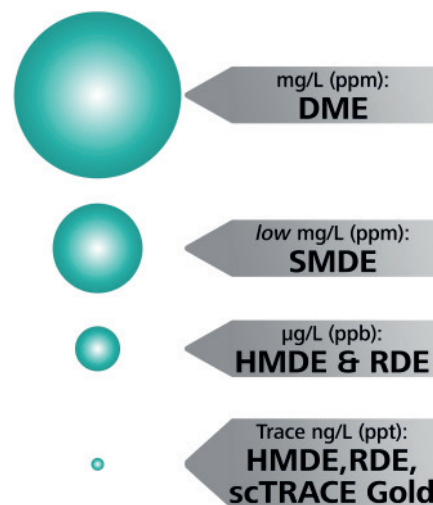
Die Voltammetrie erlaubt die Unterscheidung zwischen freien und gebundenen Metallionen oder zwischen verschiedenen Oxidationsstufen, etwa um die Bioverfügbarkeit der betreffenden Schwermetalle zu beurteilen. Aus diesem Grund ist die Voltammetrie eine **häufig gebrauchte Anwendung** in der Umweltanalytik. Vergleichbare Ergebnisse liefern nur spektroskopische Methoden nach aufwändiger Trennung der Metalle.



Beispielmessung mit Computrace der Schwermetalle Zn, Cd, Pb, und Cu in Trinkwasser gemäss DIN 38406 Teil 16. Voltammogramme (links) und Standard-Additions Kurven (rechts).

Typische Bestimmungsgrenzen		
Antimon	Sb(III)/Sb(V)	200 ppt
Arsen	As(III)/As(V)	100 ppt
Bismut	Bi	500 ppt
Blei	Pb	50 ppt
Cadmium	Cd	50 ppt
Chrom	Cr(III)/Cr(VI)	25 ppt
Cobalt	Co	50 ppt
Eisen	Fe(II)/Fe(III)	50 ppt
Kupfer	Cu	50 ppt
Mangan	Mn	2 ppb
Molybdän	Mo(IV)/Mo(VI)	50 ppt
Nickel	Ni	50 ppt
Platin	Pt	0.1 ppt
Quecksilber	Hg	100 ppt
Rhodium	Rh	0.1 ppt
Selen	Se(IV)/Se(VI)	300 ppt
Thallium	Tl	50 ppt
Uran	U	25 ppt
Wolfram	W	200 ppt
Zink	Zn	50 ppt

## Konzentrationsbereiche der Elektroden



# ADI 2045VA Process Analyzer

04

Metrohm ist der **weltweite Marktführer** in der Voltammetrie. Mit dem ADI 2045VA Process Analyzer steht diese bewährte, seit Jahrzehnten im Labor eingesetzte Methode, nun auch für die Online-Analyse im Prozess zur Verfügung.

Der 2045 VA Process Analyzer wird durch ein robustes Gehäuse vor den rauen Bedingungen im Prozessumfeld geschützt. Das Herzstück des Online-Analyzers ist der 797 VA Computrace von Metrohm, das führende und bewährte VA-System für den Laborbetrieb.

Der Vorteil dieses Aufbaus besteht darin, dass sich sämtliche Applikationen für den 797 VA Computrace im Labor direkt ins Prozessumfeld übertragen lassen.

## Arbeitselektroden

- Multi-Mode Elektrode pro (MME)
- Rotierende Scheiben Elektroden (RDE)
- scTRACE Gold Sensor

## Flexibilität ermöglicht zahlreiche Applikationen

Der ADI 2045VA Process Analyzer ist flexibel: je nach Applikation wird der Nassteil des Systems mit den benötigten Modulen wie Probenahmesysteme, Schlauchpumpen, Büretten, Ventile etc. ausgestattet.

Die Anzahl der Büretten kann je nach Anwendung unterschiedlich sein. Zur Probenvorbereitung kann ein UV- oder ein thermisch-oxidativer Aufschluss eingesetzt werden.



## Einsetzbar in vielen Industriebereichen

- Halbleiter Produktion
- Anwendungen in der Metallgewinnung
- Qualitätskontrolle von Wasser



## Aufschluss: Thermisch oder UV

Bei der Metall-Analyse liegt oftmals ein Teil der Metalle organisch gebunden vor. Ein Aufschlussmodul setzt die Metalle durch den Einsatz von UV-Strahlung zusammen mit einem Oxidationsmittel und einer Säure frei. Dadurch können die Metalle in der nachfolgenden VA-Analyse bestimmt und der Anteil an freien und gebundenen Metallen kann berechnet werden.

## Entfernung von Störstoffen

Störende Substanzen wie Peroxide werden entfernt, indem sie zerstört und in Wasser und Kohlenstoffdioxid umgesetzt werden.

Genügt ein der UV-Aufschluss nicht, kann ein thermisch-oxidativer Aufschluss verwendet werden.

# Der Betrieb

Die Bedienung des ADI 2045VA Process Analyzers erfolgt durch einen Industrie-PC und eine speicherprogrammierbare Steuerung (SPS). Die SPS steuert die externen und Nassteilmodule während der 797 VA Computrace und die Buretten direkt durch den PC angesteuert werden.

Ein touchfähiger Monitor ermöglicht die einfache und intuitive Bedienung. Über den USB-Anschluss können eine zusätzliche Tastatur und eine Maus angeschlossen werden.

Das Bedienfeld zeigt die möglichen Optionen, während das Statusfeld den aktuellen Systemzustand in Echtzeit anzeigt.

Pop-up-Meldungen informieren den Anwender über wichtige Ereignisse, beispielsweise Grenzwertüberschreitungen. Alle externen Anschlüsse und Nassteilmodule können zu Wartungszwecken in der manuellen Bedienung angesteuert werden.

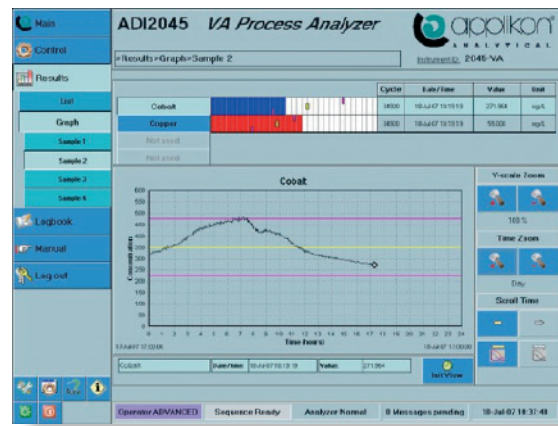
## Ergebnisanzeige und Trendchart

Die Ergebnisse werden in einer Tabelle oder graphisch als Ganglinie dargestellt. Die Anzeigen können individuell angepasst werden, wie z. B. Skalierung, Farben und Grenzwerte.

### Logbuchfunktionen

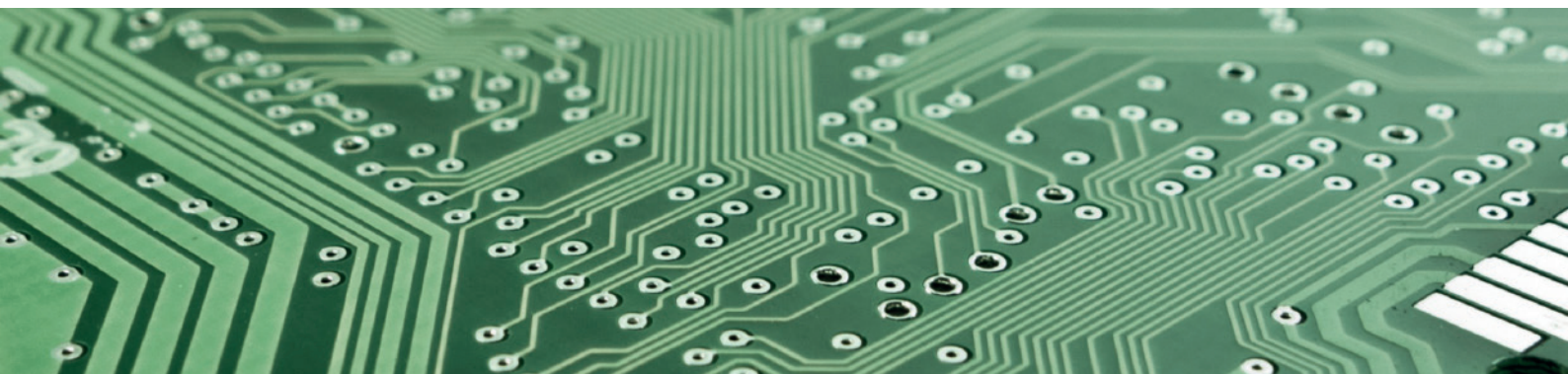
- Grenzwertüberschreitungen
- Gerätestörungen und Fehler
- Aktionen
- Konfigurationsänderungen und vieles mehr

Wichtige Systeminformationen wie Analysenergebnisse, Logbuch-Einträge, Systemkonfigurationen, Aktionslisten und Daten können über den USB-Anschluss an der Vorderseite des Gerätes als XML-Datei auf ein mobiles Speichermedium exportiert werden.



## Normen und anerkannte Methoden für die VA

Parameter	Standard	Matrix
Zn, Cd, Pb, Cu, Tl, Ni, Co	DIN 38406-16	Trink- und Abwasser
CN <sup>-</sup>	Probenvorbereitung angelehnt an DIN 38405-13	Trink- und Abwasser
U <sup>VI</sup>	DIN 38406-17	Grund-, Roh- und Trinkwasser
EDTA, NTA	DIN 38413-5	Abwasser und Schlamm
Cu <sup>2+</sup>	EN 15376, ASTM D 4806, ASTM D 5798	Bioethanol
Fumarsäure	AOAC 968.16	Frucht- und Gemüsesäfte
Saccharin	SLB 41-2.5	Frucht und Gemüsesäfte
Pb <sup>2+</sup>	AOAC 979.13, AOAC 979.17	Molkereiprodukte, Frucht und Gemüsesäfte



# Arbeitselektroden für ADI 2045VA Process Analyzer

06

## MME, Multi-Mode Electrode pro

Als Arbeitselektrode für die Polarographie und Voltammetrie im System eingesetzt, produziert die Multi-Mode Elektrode am Ende der Kapillare kleine Quecksilbertropfen. Die Multi-Mode-Elektrode hat einen hermetisch verschlossenen Quecksilbervorrat von 6 mL und ist die ideale Anwendung für die (Schwer-)Metallanalyse. Diese verlässliche Elektrode kann als DME, SMDE oder HDME betrieben werden.

### Fakten zur Multi-Mode Elektrode pro

- Neue Elektrodenoberfläche für jede Messung
- Ausreichend Quecksilber für mehr als 10.000 Analysen bzw. 200 Tage
- Sammlung des verbrauchten Quecksilbers zur sicheren Entsorgung
- 100 mL Quecksilber genügen für einen Betrieb von 10 Jahren bei täglich 50 Analysen

### Sicherheit an oberster Stelle

Während und nach der Analyse wird das Quecksilber am Boden des Messgefäßes gesammelt und anschließend in die Quecksilberfalle überführt. Diese ist stets mit Flüssigkeit überschichtet, so dass kein Quecksilberdampf entweichen kann und somit die Bediener immer geschützt sind. Bei Bedarf wird diese Quecksilber-Falle geleert und das gesammelte Quecksilber der Wiederverwertung zugeführt.

Mit der scTRACE Gold können As- und Hg-Spuren in Wasser nachgewiesen werden.



### Viele verschiedene wichtige Anwendungen

Die online-Anwendung der Voltammetrie ist für viele Industriezweige wichtig. Bei der Gewinnung von Zink zum Beispiel wird diese Technik in der **Verhüttung, Aufreinigung, Elektrolyse** oder bei der **Prozesswasser-Kontrolle** eingesetzt.



Metrohm Multi-Mode Elektrode pro mit Hg Reservoir und Kapillaren

### scTRACE Gold Sensor

Anodische Stripping Voltammetrie (ASV) mit der scTRACE Gold-Elektrode bietet eine einfache und kostengünstige Alternative zur spektroskopischen Bestimmung von Arsen mit der Unterscheidung von Gesamt-Arsen und Arsen (III). Die Nachweisgrenze liegt dabei deutlich unter den international erlaubten Maxima.

- auch für die anorganische Hg-Spuren-Analyse geeignet

### Anwendungsbeispiele für ADI 2045VA Process Analyzer

- Bei der Gewinnung von Au, Cu, Zn und anderen Metallen
- Prozesskontrolle von galvanischen Bädern
- Qualitätskontrolle von Wasser (Trink-, Fluss-, Oberflächen- und Abwasser)
- Überwachung von Metallen in Spurenkonzentrationen

# Zyklische Voltammetrische Stripping Methode

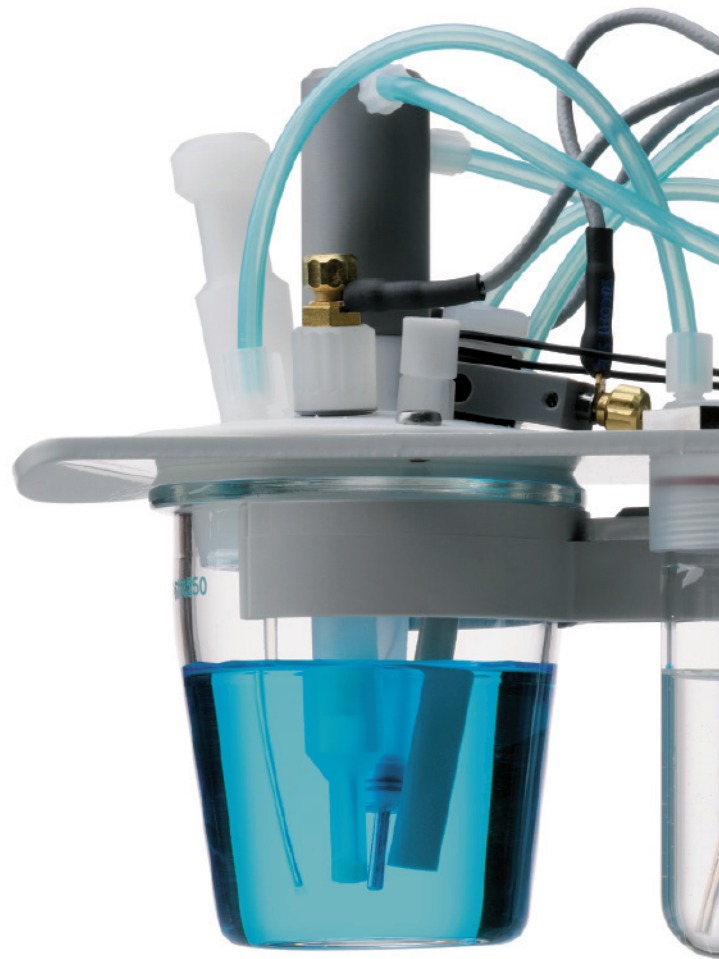
## Produktionskontrolle in der Galvanik

Zyklische Voltammetrische Stripping Analyse (CVS) und Zyklische Puls Voltammetrie Stripping Analysen (CPVS) sind in der Oberflächenveredelung verbreitete Methoden und dienen der Bestimmung der organischen Bestandteile in den Bädern.

## Rotierende Scheiben Elektrode (RDE)

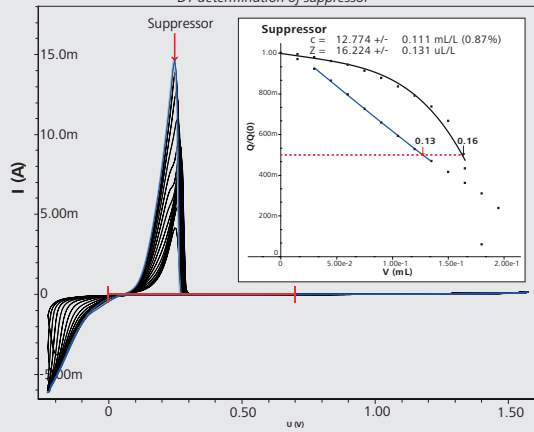
Die RDE erzeugt durch die Rotation während der Messung einen kontinuierlichen Fluss des Analyten zur Elektrode. Dadurch wird die Grenzschicht fortwährend mit Probelösung erneuert. Für viele technische Schichten, speziell in der Leiterplatten- und Halbleiterproduktion, ist diese Methode ein wichtiger Teil der Prozesskontrolle.

- Quecksilberfreie Festkörper Platin-Elektrode
- Bestimmung organischer Badbestandteile unter Prozessbedingung
- Genaue Bestimmung von Brightener, Leveller und Suppressor
- Konzentrationsangaben in mL Additiv pro L Bad



Zelle mit Elektroden für die CVS Analyse eines Kupferbades

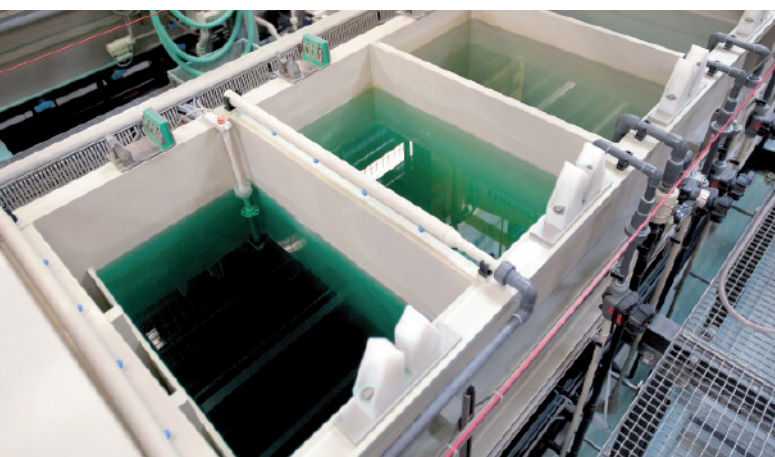
Determination of suppressor in acid copper with calibration curve  
DT determination of suppressor



CVS- oder CPVS-Analysen ermöglichen die genaue Bestimmung der Konzentrationen von **organischen Additiven** – Voraussetzung für einen kontinuierlichen und störungsfreien Betrieb galvanischer Bäder. Aufgrund der Richtigkeit der Analysenergebnisse ist diese Analyse-methode in der Industrie verbreitet und akzeptiert.

## Die wichtigsten CVS-Anwendungen

- Saure Kupferbäder
- Zinn-Blei- und Zinn-Bäder
- Alkalische Zink-Bäder



## Genauere Messungen, sogar in salzhaltigen Medien

Die grösste Herausforderung für die Analytik in der Galvanik ist der grosse Salzgehalt der Bäder. Viele Messtechniken liefern für solche Proben allenfalls unzuverlässige Ergebnisse oder sind gänzlich ungeeignet.

VA, CVS und CPVS spielen hier ihre Stärke aus: Hohe Salzkonzentrationen erzeugen eine hohe Leitfähigkeit und schaffen somit die Grundvoraussetzung für die elektrochemische Analyse.

## Technische Informationen

<b>Masse (H x B x T)</b>	870 x 700 x 500 mm
<b>Gewicht</b>	ca. 85 kg
<b>Versorgungsspannung</b>	100–120 V / 200–240 V
<b>Stromverbrauch</b>	50–60 Hz / 600 W
<b>IP Schutzart</b>	IP65 / NEMA4
<b>Umgebungsbedingungen</b>	5–40 °C, Luftfeuchtigkeit < 80 % nicht kondensierend

## Weitere Spezifikationen

### Angewendete Analysemethoden

- DP (Differential Puls Methode)
- SQW (Square Wave Methode)
- CVS (Zyklische Voltammetrische Stripping Methode)
- CPVS (Zyklische Puls Voltammetrische Stripping Methode)

### Probenahme und Probeströme

<b>Probenahme</b>	batchweise
<b>Frequenz</b>	programmierbar
<b>Analysezeit</b>	typischerweise 15 bis 30 Minuten
<b>Probeströme</b>	maximal 4
<b>Probevolumen</b>	0,2–50 mL
<b>Probetemperatur</b>	5–45 °C
<b>Probedruck</b>	0–2 barG / 0–28 PSIG (ohne Druckminderung)

### Connectivity

#### Ein- und Ausgangssignale:

<b>Analoge Ergebnisweitergabe</b>	4–20 mA, max. 16 Kontakte
<b>Fernsteuerung</b>	24 VDC, Start, Stopp, Weiter, Probe überspringen
<b>Digitale Signaleingänge</b>	24 VDC, max. 12 Kontakte (Leckage, Reagenzienfüllstände, etc.)
<b>Digitale Relais Ausgänge</b>	max. 2 A, Gerät ein, Analyse läuft, Warnungen, Fehler, Grenzwertverletzung Probestrom 1, 2, 3, 4, Service-Schalter

#### Serielle Schnittstellen:

<b>Ethernet</b>	für die Fernsteuerung mit Windows-Funktionalität
<b>RS232</b>	Fernsteuerung mit Windows-Funktionalität
<b>USB</b>	zum Anschluss einer Tastatur, Maus und mobile Speichermedien

### Allgemeines

#### Bedienung mit touchfähigem Display

<b>Gehäusematerial:</b>	Elektronik/Elektro-Teil: verzinktes Stahlblech mit Epoxy-Beschichtung Nassteil: Polystyrol mit Epoxy-Beschichtung
-------------------------	--

#### Anwenderfreundliche Wartungsintervalle

<b>Wöchentlich</b>	Sichtkontrolle
<b>Monatlich</b>	Reagenzien auffüllen
<b>Halbjährlich</b>	Wartung durch Metrohm Service (MCC)

[www.metrohm.com](http://www.metrohm.com)