

CVS – Cyclic Voltammetric Stripping mit Metrohm



CVS im Labor
CVS-Atline-Systeme
CVS-Online-Systeme

CVS – Cyclic Voltammetric Stripping

02

Die Cyclic Voltammetric Stripping Analysis (CVS) und die Cyclic Pulse Voltammetric Stripping Analysis (CPVS) sind in der Galvanikindustrie weit verbreitete Methoden zur Bestimmung von organischen Additiven in galvanischen Bädern. Für diese Analysen wird eine einfach aufgebaute, robuste und preisgünstige rotierende Scheibenelektrode aus Platin eingesetzt. Für viele technische Beschichtungen, insbesondere in der Leiterplattenfertigung der Elektronikindustrie, ist diese Methode ein unverzichtbarer Bestandteil der Produktionskontrolle. Die wichtigsten Einsatzgebiete sind saure Kupferbäder sowie Zinn-Blei-Bäder. Die quantitative Bestimmung der Additive erfolgt über deren Einfluss auf die Abscheidung der Hauptkomponente des galvanischen Bades. Da die Messung einem dem Produktionsprozess analogen Vorgang entspricht, wird die Aktivität der Additive und damit deren Wirksamkeit im Galvanisierungsprozess direkt gemessen.

Mit CVS oder CPVS kann die Konzentration der Additive exakt bestimmt werden. Die effektive Konzentration des

jeweiligen Additivs in der Badprobe wird direkt in mL Additiv pro L Bad angezeigt und ausgedruckt. Die Nachdosierung bis zur Sollkonzentration kann dadurch sehr präzise erfolgen. Dies garantiert den kontinuierlichen, störungsfreien Betrieb der Anlage. Insbesondere die Genauigkeit der Analysenergebnisse hat der Methode in der Galvanikindustrie zu allgemeiner Akzeptanz verholfen.

Die wichtigsten Anwendungen

Grundeinebnner

DT – Dilution Titration

Glanzbildner

LAT – Linear Approximation Technique

MLAT – Modified Linear Approximation Technique

Leveler

RC – Response Curve



Anwendungen

03

Grundeinebner-Bestimmung

Egal ob eine stündliche, tägliche oder auch wöchentliche Bestimmung der Suppressorkomponente (Grundeinebner) notwendig ist, mit der Verdünnungstitration (engl. Dilution Titration - DT) wird die Suppressorkonzentration zuverlässig bestimmt.

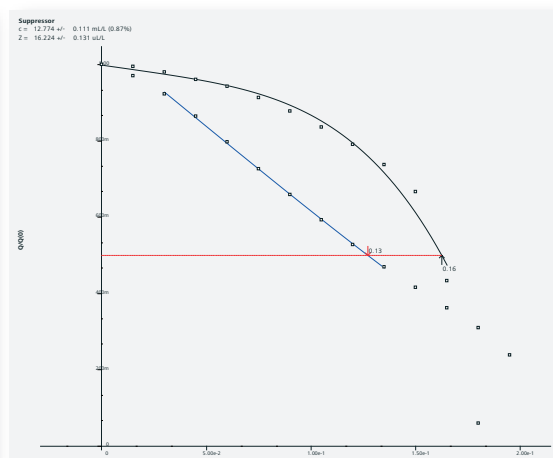
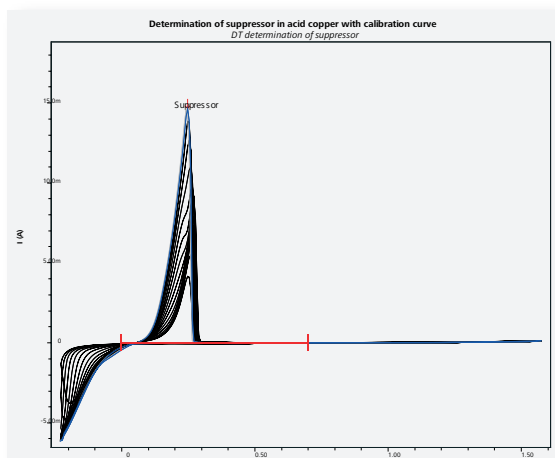
«Calibration curve»

Zur Kalibrierung der Methode wird eine Standardlösung in sehr kleinen Schritten zu einer Grundlösung (VMS = Virgin Make-up Solution) gegeben und eine Kalibrierkurve aufgenommen. Diese Kalibrierkurve ist über einen langen Zeitraum gültig, kann jedoch jederzeit überprüft und erneuert werden. Für jede Messung wird eine neue Datei

angelegt, um das lästige Überschreiben Ihrer alten Kalibrierdaten zu vermeiden. Jede Messung ist nachvollziehbar und kann auf Wunsch zusammen mit der Kalibrierung auf der Festplatte gespeichert werden.

Bestimmung

Die Software übernimmt aus der zuvor aufgezeichneten Kalibrierung automatisch die Messparameter und die Kalibrierdaten, fügt diese in die Messmethode ein und ist somit in wenigen Schritten messbereit. Einfachstes Anpassen der Additionsvolumina an die Probe, sogar das Einsparen an VMS ist möglich.

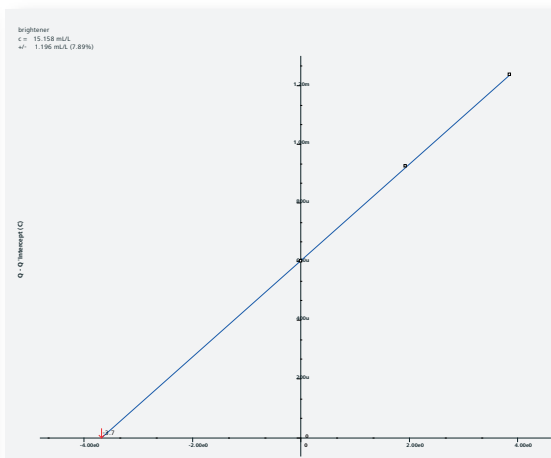
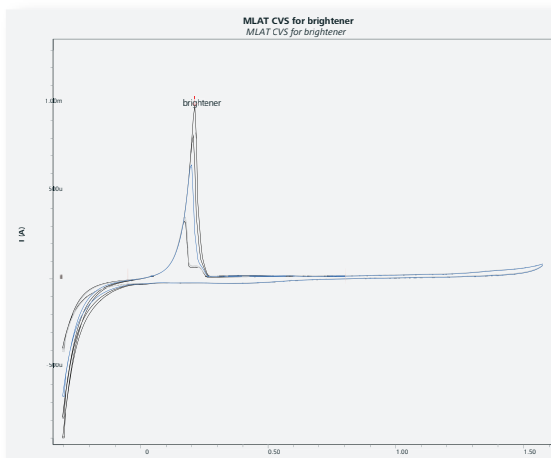


Messkurve einer Grundeinebner-Bestimmung – Verdünnungstitration

Glanzzusatz-Bestimmung (Brightener, Glanzbildner)

Mittels MLAT (Modified Linear Approximation Technique) oder LAT (Linear Approximation Technique) ist es schnell und einfach möglich, die Glanzzusatzmenge exakt zu quantifizieren. Schon innerhalb weniger Minuten kann man das Ergebnis am Bildschirm ablesen, es in ein LIMS exportieren oder automatisch einen Report generieren.

Die quantitative Bestimmung der Additive erfolgt über deren Einfluss auf die Abscheidung der Hauptkomponente des galvanischen Bades. Da der Messung eine dem Produktionsprozess entsprechende Elektrodenreaktion zu Grunde liegt, wird die Aktivität der Additive und damit deren Wirksamkeit im Galvanikprozess direkt gemessen.



Messkurve einer Glanzzusatz-Bestimmung – MLAT



Leveler-Bestimmung

Moderne Galvanikbadtypen enthalten zusätzlich zu den bereits erwähnten Additiven (Glanzzusatz und Grundeinleber) eine dritte Substanz (Leveler). Auch dieser Badzusatz ist problemlos mit dem 797 VA Computrace analysierbar. Die ebenfalls in zwei Schritte (Kalibrierung und Bestimmung) aufgeteilte Methode zur Bestimmung von Levelern vervollständigt die lückenlose Überwachung der eingesetzten Komponenten.

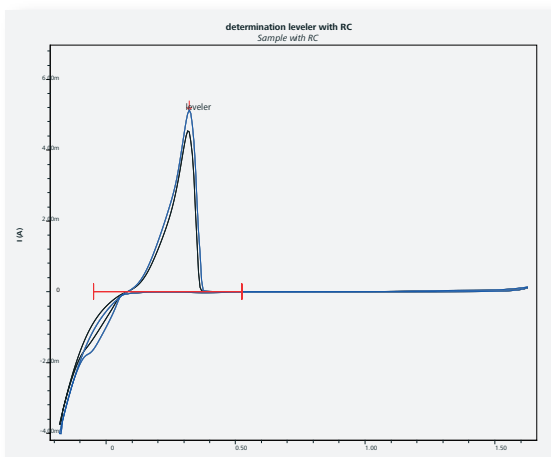
«Response curve»

Ähnlich wie bei der Suppressor-Bestimmung mit DT wird bei diesem Messmodus im ersten Schritt eine Kalibrierkurve, die so genannte Response Curve, aufgezeichnet. Als Grundlösung wird hier eine Elektrolytlösung aus VMS und Additiven verwendet. Auch diese Kalibrierkurve ist

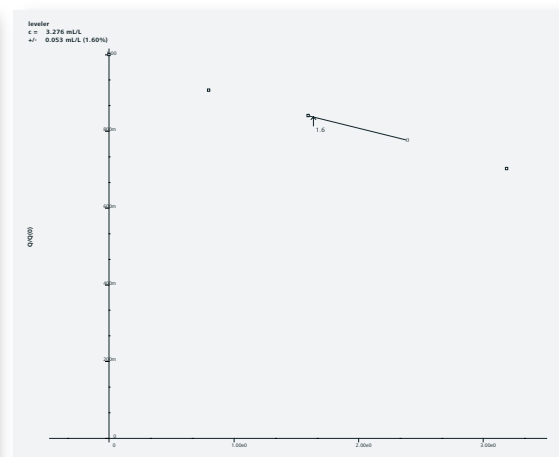
über einen langen Zeitraum gültig, kann jedoch jederzeit überprüft werden. Jede einzelne Kalibrierung ist nachvollziehbar und wird auf der Festplatte gespeichert. Eine Kalibrierung während, zwischen oder nach einer Probenreihe ist jederzeit möglich.

Bestimmung

Die Software übernimmt automatisch aus der zuvor aufgezeichneten Response Curve die Messparameter und die Kalibrierdaten, fügt diese in die Messmethode ein und ist somit in wenigen Schritten messbereit. Es kann mit einer Direktzugabe der Badprobe in die vorgelegte Elektrolytlösung oder mit Lösungsaustausch gearbeitet werden.



Messkurve einer Leveler-Bestimmung – Response Curve





797 VA Computrace – die Laborlösung

Das Labor-Messsystem ermöglicht eine schnelle, flexible und natürlich auch präzise Durchführung der Additiv-Bestimmung. CVS-Messungen lassen sich so in jedem Labor auch auf kleinstem Raum realisieren.

Manuell oder automatisiert

Auch ohne zusätzliches Zubehör ist der 797 VA Computrace ein voll funktionsfähiges Analysensystem für höchste Ansprüche bezüglich Genauigkeit und Empfindlichkeit. Höheren Komfort bieten wir Ihnen mit den verschiedenen Erweiterungsmöglichkeiten.



MVA-Systeme für die CVS-Technik



Unsere Empfehlung für die Additiv-Bestimmung mit CVS

Teilautomatisiertes 797 VA Computrace-System für die komfortable Bestimmung von Additiven mit CVS.

MVA-12 ist das Standardsystem für die routinemässige Bestimmung von organischen Additiven in Einzelproben. Ohne Probenwechsler ermöglicht es die komfortable Durchführung der Bestimmungen mit einem Minimum an Eingriffen durch das Bedienpersonal. Die automatische Zugabe von Hilfslösungen wie VMS, Intercept- oder Standardlösungen erfolgt mit Dosiergeräten des Typs 800 Dosino. Bei der Glanzbildner-Bestimmung muss lediglich die Probe manuell zugegeben werden. Im Falle der Suppressor-Bestimmung erfolgt auch die Probenzugabe automatisch. Mit Hilfe einer optionalen Pump Station kann das Messgefäss nach jeder Analyse automatisch gespült werden.

Voll automatische Bestimmung von organischen Additiven in Probenserien

Voll automatisches System mit Probenwechsler für die CVS-Analytik im Routinelabor.

MVA-13 ist unser Spitzensystem für die Additiv-Bestimmung in galvanischen Bädern, wobei die Proben vom 838 Advanced VA Sample Processor automatisch vorgelegt werden. Bis zu 56 Proben können auf ihren Gehalt an Suppressor untersucht werden. Bei der Glanzbildner-

Bestimmung können bis zu 28 Proben automatisch analysiert werden. Die Möglichkeit, Methoden während einer Probenserie neu zu kalibrieren, garantiert höchste Genauigkeit. Es ist auch möglich, verschiedene Methoden eines Additivtyps in einem Messdurchgang zu kombinieren. Mit Hilfe der 843 Pump Station wird das Messgefäss nach jeder Probe automatisch entleert und gespült.





Die 10 wichtigsten Vorteile auf einen Blick

Mit dem 797 VA Computrace eröffnen sich neue Möglichkeiten:

- Additiv-Bestimmung in der Galvanik und voltammetrische Spurenanalytik mit einem Gerät
- Höchste Präzision dank Kombination der bewährten Metrohm-Festkörper- und -Referenzelektroden mit einem hoch empfindlichen Potentiostaten
- Perfektes Liquid Handling mit der bewährten Dosino-Technologie
- Automation mit dem 838 Advanced VA Sample Processor, 875 ProcessLab oder einem Applikon ADI 2045 VA Online-System
- Wichtige Analysenmethoden von namhaften Badherstellern werden mitgeliefert
- Ausgabe des Ergebnisses in vielen Formaten
- Eingebaute Qualitätssicherung mit GLP-Modus, Zugangsrechten für jeden Benutzer und automatischem Elektrodentest
- Einfache Bedienung dank der klar gegliederten, am Windows-Bedienungskonzept orientierten Benutzeroberfläche
- Anschluss an den USB-Port des PCs
- Thermostatisiertes Arbeiten (optional)

Qualitätssicherung – mit dem 797 VA Computrace ganz einfach

Zugangsberechtigungen

Zu jedem Programmteil können die Zugangsberechtigungen für jeden Benutzer frei definiert werden. Dies erlaubt ein komfortables Benutzermanagement.

Validieren mit dem GLP Wizard

Die Software kontrolliert selbstständig die Validierungsintervalle des Analysensystems und benachrichtigt den Benutzer, wenn die nächste Validierung fällig wird. Jeder Report weist die gültige Validierung aus. Der GLP Wizard führt den Benutzer Schritt für Schritt durch die verschiedenen Validierungstests und beurteilt automatisch deren Gültigkeit.

Diagnose

Das eingebaute Diagnoseprogramm erlaubt es, die einzelnen Komponenten des Geräts zu überprüfen. Die Diagnose ist Teil des GLP Wizards, kann aber auch einzeln ausgeführt werden.

Elektrodentest

Vor jeder Bestimmung werden die verwendeten Elektroden automatisch getestet. Treten Probleme auf, wird die fehlerhafte Elektrode identifiziert und der Fehler auf dem Bildschirm angezeigt. Selbstverständlich kann der Test zum Überprüfen des Systems auch manuell ausgelöst werden.

Kurvenauswertung

Natürlich wertet die Software des 797 VA Computrace wie gewohnt die gemessenen Kurven automatisch aus und berechnet das Endergebnis.

Zertifizierte Qualität

Die Entwicklung des Geräts und der Software sowie die Herstellung erfolgen nach strengsten Qualitätssicherungskriterien, für die wir mit einem Qualitätszertifikat garantieren. Die Referenz- sowie die Arbeitselektroden und die im Zubehör enthaltenen Elektrolyt- und Standardlösungen sind durch die Seriennummer identifizierbar und werden mit individuellem Zertifikat ausgeliefert.

09



ProcessLab Atline-Systeme – prozessnahe, voll automatische Bestimmung von organischen Additiven

10





Atline- versus Online-Analysensysteme

Bei einem Atline-System wird die Probe manuell genommen und dem System zugeführt. So können verschiedene Proben von unterschiedlichen Prozessstufen oder -anlagen leicht analysiert werden. Im Gegensatz dazu wird bei einem Online-System die Probe automatisch über einen Bypass dem Analysengerät zugeführt.

Voll oder teilweise automatisiertes System mit oder ohne Probenwechsler für die prozessnahe CVS-Analytik

Die bereits im Labor bewährte Voltammetrie (VA) und die Cyclic Voltammetric Stripping Analysis (CVS) stehen auch für die betriebliche Routineanalytik vor Ort zur Verfügung.

Das ProcessLab ist optimal für die Additiv-Bestimmung in galvanischen Bädern ausgelegt, wobei dem System die Proben entweder einzeln oder automatisch von einem Probenwechsler zugeführt werden.

Alle Komponenten sind für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld in einem robusten, spritzwassergeschützten Gehäuse untergebracht. Eine Bedieneinheit mit Touch-Oberfläche ermöglicht eine leichte und komfortable Handhabung.

Gesteuert wird dieses System durch die ProzessLab-Software mit einer vereinfachten Benutzeroberfläche. Sie erlaubt den Start von definierten Analysensequenzen mit einem einzigen Knopfdruck und stellt so eine fehlerfreie Benutzung sicher. Das System wird entsprechend den prozesstechnischen Anforderungen konfiguriert und ist somit optimal auf den Prozess abgestimmt. Eine Datenbank mit der Möglichkeit der grafischen Darstellung der gemessenen Ergebnisse in einem SPC-Chart (Statistical Process Control Chart) gibt jederzeit Auskunft über den Zustand der untersuchten Produktionslinie.

CVS-Online-Prozessanalytik

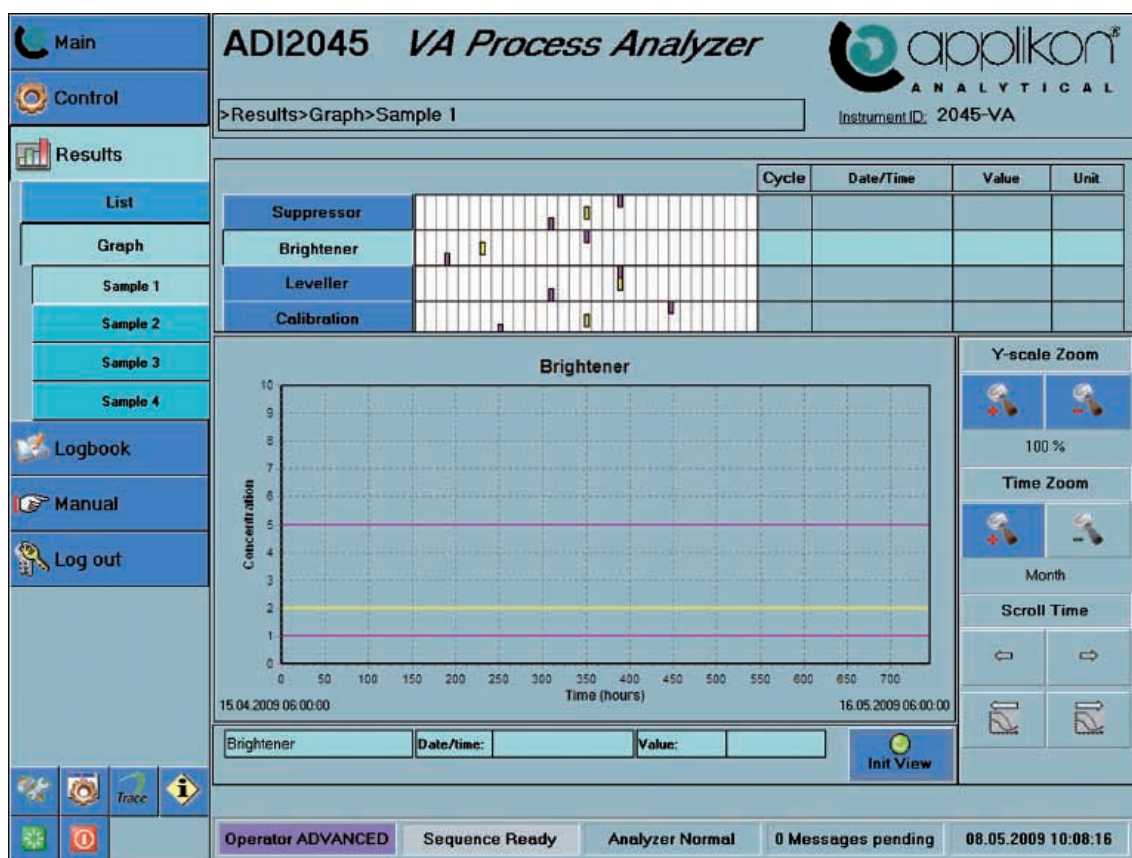
12

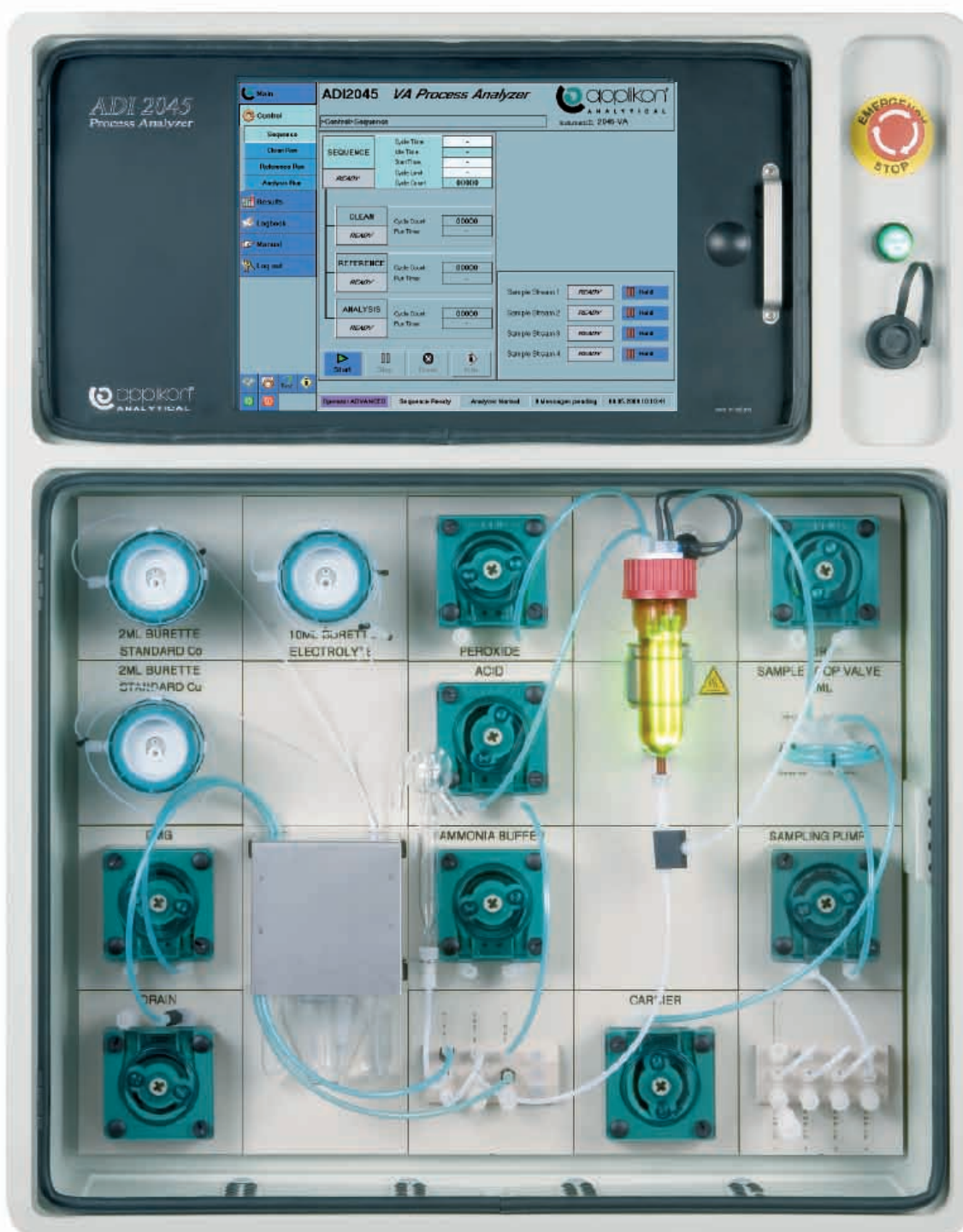
Applikon ADI 2045 – Online – voll automatische Bestimmung von organischen Additiven mit CVS

Der Applikon 2045VA ist ein Online-Messgerät zur Durchführung von voltammetrischen Analysen. Diese Messtechnik findet seit Jahrzehnten Verwendung im Labor-Routinebetrieb, nun hat sie Applikon auch erfolgreich für die Online-Analytik implementiert. Die Qualitätskontrolle von galvanischen Bädern mit CVS kann somit direkt im Betrieb erfolgen.

Das komplette System wird mit einer Kombination aus einem Industrie-PC und einem programmierbaren logischen Controller (PLC) gesteuert. Während der PLC die

Steuerung aller externen Einheiten und der zusätzlichen Pumpen übernimmt, kontrolliert der PC den 797 VA Computrace und die angeschlossenen Dosinos. Die Touch-screen-Benutzeroberfläche lässt eine sehr einfache und intuitive Bedienung zu. Bei Bedarf kann eine zusätzliche Tastatur oder Maus via USB ans System angeschlossen werden. Der Bedienungsbereich der Software enthält eine Vielzahl von Möglichkeiten, während man im Statusbereich jederzeit den aktuellen Systemzustand ablesen kann.





Technische Daten

Laborsystem

797 VA Computrace	Voltammetrischer Messstand mit eingebautem Potentiostaten und Galvanostaten	
Potentiostat/Galvanostat	Spannungsbereich	$\pm 5 \text{ V}$
	Ausgangsspannung	$\pm 12 \text{ V}$
	Strombereich	$\pm 80 \text{ mA}$
	Strommessung	7 Bereiche (10 nA bis 10 mA)
	Sweep rate (CV)	<1 mV/s...3 V/s (bei 1 mV Auflösung) <1 mV/s...35 V/s (bei 10 mV Auflösung)
Netzanschluss	Spannung	100...240 V; Frequenz 50...60 Hz
	Leistungsaufnahme	120 VA
Temperaturen	Nominaler Funktionsbereich	0...45 °C bei 20...80% rel. Luftfeuchtigkeit

ProcessLab – Atline-Prozessanalytik

Proben	Probenfrequenz	1 – 20 / Tage
	Analysenzeit	typischerweise <15 min
	Probentypen	>10
	Probenvolumen	0.2 mL...250 mL
	Probentemperatur	5 °C...45 °C
Anschlüsse	Digitale Eingänge	24 VDC, z.B. Not Aus, Flüssigkeitsstandsensoren, ...
	Digitale Ausgänge	24 VDC, Rührer, Schlauchpumpen, ...
	Analoge Eingänge	4...20 mA, Anzahl variabel
	Analoge Ausgänge	4...20 mA, Anzahl variabel
	Relaisausgänge	1A bei 120/230V
Bedienung	TFT Monitor mit vollwertiger Folientastatur und Touchpad	
	Touch-screen optional	
Temperatur	Nominaler Funktionsbereich	+ 5 °C...+ 40 °C bei max. 80% rel. Luftfeuchtigkeit

ADI2045VA – Online-Prozessanalytik

Proben und Probenstrom	Probenfrequenz	programmierbar
	Analysenzeit	typischerweise ca. 30 min
	Probenströme	maximal 4
	Probenvolumen	0.2 mL...50 mL
	Probentemperatur	5 °C...45 °C
Anschlüsse	Probendruck	0...0-5 bar, d.h. 0...7.2 psi (ohne Aufbereitung)
	Resultatausgabe (analog)	4...20 mA, max 16 Kanäle
	Digitale Fernsteuerung	24 VDC, Start, Stop, Fortfahren, Proben 1,2,3,4
	Digitaler Eingang Detektor	24 VDC, max 12 Kanäle (Leckkontrolle, Reagenzien-überwachung etc.)
	Digitales Ausgabereis	2 A, Power On, Sequenz läuft, Warnung, Fehler, Resultatalarm 1,2,3,4, Service
Allgemein	Touch-screen-Bedienung	



2.797.0030

797 VA Computrace – für den Laboreinsatz

797 VA Computrace für die CVS (Cyclic Voltammetric Stripping) zur Analyse von organischen Additiven in galvanischen Bädern. Messstand mit integriertem Potentiostaten und Galvanostaten. Dreielektroden-System mit rotierender Platinscheibenelektrode (Pt-RDE), Ag/AgCl-Bezugselektrode und Platin-Hilfselektrode. Ausbaubar für Multi-Mode-Elektrode (MME). Umfasst PC-Programm 6.6053.010 sowie umfangreiches Zubehör zum kompletten Aufbau des Messplatzes.

MVA-12

Halbautomatisches 797 VA Computrace System zur komfortablen Bestimmung von organischen Additiven.

1 x 2.797.0030	797 VA Computrace
3 x 2.800.0010	800 Dosino
1 x 6.3032.250	807 Dosiereinheit 50 mL (Glas)
2 x 6.3032.120	807 Dosiereinheit 2 mL (Glas)
1 x 2.843.0040	843 Pump Station (optional)
1 x 2.846.0010	Dosing Interface (optional zum Anschluss von 4 weiteren 800 Dosinos)

MVA-13

Voll automatisches 797 VA Computrace System zur unbeaufsichtigten Bestimmung von organischen Additiven.

1 x 2.797.0030	797 VA Computrace
1 x 2.838.0310	838 Advanced VA Sample Processor
1 x 2.843.0040	843 Pump Station
3 x 2.800.0010	800 Dosino
1 x 6.3032.250	807 Dosiereinheit 50 mL (Glas)
3 x 6.3032.120	807 Dosiereinheit 2 mL (Glas)
1 x 2.846.0010	Dosing Interface (optional zum Anschluss von 4 weiteren 800 Dosinos)

ProcessLab – Atline-Prozessanalytik

Es steht ein vielfältiges Programm von ergänzenden Modulen und Komponenten zur Verfügung. Nachfolgend nur eine kleine Auswahl:

- ProcessLab-Messverstärker zum Anschluss verschiedener Sensoren
- ProcessLab-Digital-Ein- und -Ausgang 24 V DC
- ProcessLab-Analog-Ein- und -Ausgang 4...20 mA
- ProcessLab-Relaisausgang
- ProcessLab-Sensoranschluss
- ProcessLab-Messgefäßshalter mit Rührer und verschiedenen Messgefässen
- ProcessLab-Schlauchpumpen mit 40 mL/min, 120 mL/min oder 320 mL/min
- ProcessLab-Probenahme-System mit dazugehörigen Probenschleifen
- ProcessLab-Überlaufpipetten in verschiedenen Grössen
- ProcessLab-Magnetventilmodul zur Steuerung von Flüssigkeitsströmen
- Kanister in verschiedenen Grössen, mit Flüssigkeitsstand-Sensor

Bitte kontaktieren Sie Ihre lokale Vertretung für die genaue Dimensionierung und Auslegung Ihres ProcessLab-Systems. Dank Modularität kann das Gerät den individuellen Erfordernissen vor Ort optimal angepasst werden.

Kontaktadresse ProcessLab
www.metrohm-processlab.com

Kontaktadresse Online-Prozessanalytik
www.applikon-analyzers.com

www.metrohm.com

