

CVS – «Cyclic Voltammetric Stripping» la voltampérométrie cyclique inverse de Metrohm



CVS au laboratoire
CVS systèmes «at-line»
CVS systèmes «on-line»

CVS – «Cyclic Voltammetric Stripping», la voltampérométrie cyclique inverse

Les méthodes de voltampérométrie cyclique inverse CVS (Cyclic Voltammetric Stripping Analysis) et de voltampérométrie cyclique inverse pulsée CPVS (Cyclic Pulse Voltammetric Stripping) sont très souvent utilisées dans l'industrie galvanique pour la détermination d'additifs organiques dans les bains. Pour ces analyses, on utilise une électrode à disque tournant en platine qui est robuste et de construction simple. Pour de nombreuses techniques de revêtement et plus particulièrement dans la fabrication de plaques de circuits imprimés, cette méthode est devenue indispensable pour le contrôle de la production.

Les domaines d'application les plus importants de la méthode sont les bains de cuivre acide et les bains étain-plomb. La détermination quantitative des additifs a lieu indirectement, par l'intermédiaire de leur influence sur le dépôt électrochimique du composant principal du bain galvanique. Comme la mesure est basée sur une réaction d'électrode correspondant à la procédure de production, l'activité des additifs et par conséquent leur efficacité dans le processus de galvanisation peuvent être directement mesurées. Avec les méthodes CVS ou CPVS il est possible de déterminer exactement la concentration des

additifs. La concentration effective de l'additif considéré dans l'échantillon de bain est affichée et imprimée directement en millilitres d'additif par litre de bain. L'exacte quantité d'additif peut alors être ajoutée afin de rétablir la concentration de consigne. Ceci garantit une exploitation continue et sans perturbations de l'installation. C'est tout particulièrement la très grande précision et la fidélité des résultats d'analyse qui ont permis à la méthode d'être acceptée de manière générale dans l'industrie galvanique.

Les domaines d'application les plus importants

Suppresseurs

DT – Titrage de dilution («Dilution Titration»)

Brillanteurs («brighteners»)

LAT – Technique d'approximation linéaire («Linear Approximation Technique»)

MLAT – Technique d'approximation linéaire modifiée («Modified Linear Approximation Technique»)

Lisseur («leveler»)

RC – Courbe de réponse («response curve»)



Applications

03

Détermination de supprimeur

Que la détermination d'agents supprimeurs soit nécessaire à chaque heure, de manière quotidienne ou même hebdomadaire, le titrage de dilution permet de déterminer la concentration de supprimeur en toute fiabilité.

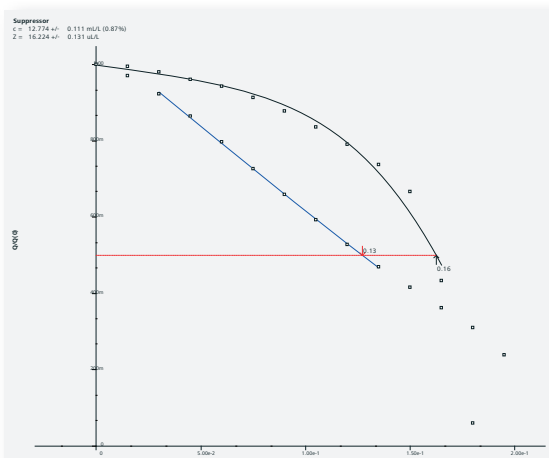
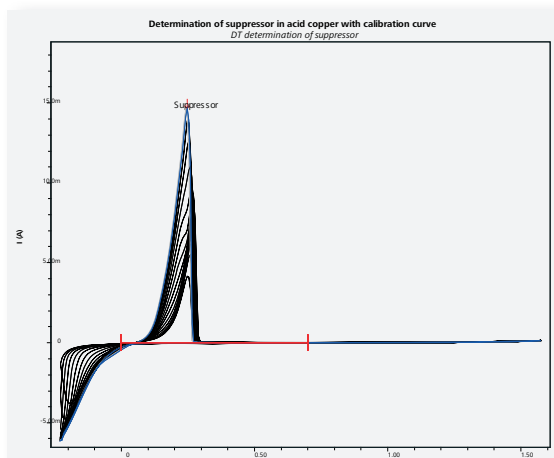
Courbe d'étalonnage

Pour étalonner la méthode, une solution étalon est ajoutée, par très petits pas, à une solution de base (VMS = « Virgin Make-up Solution », solution contenant tous les composants du bain sauf les additifs), et une courbe d'étalonnage est enregistrée. Cette courbe d'étalonnage est valable sur une longue période mais peut être vérifiée ou refaite n'importe quand. Un nouveau fichier est créé pour chaque mesure, de façon à ne pas effacer les données d'étalonnage antérieures.

Chaque mesure est retraceable et peut être sauvegardée avec l'étalonnage sur le disque dur si nécessaire.

Détermination

Le logiciel se charge automatiquement des paramètres de mesure et des données d'étalonnage à partir de l'étalonnage effectué au préalable. Il les inclut dans la méthode de mesure et est donc prêt pour la mesure en seulement quelques étapes. Il suffit d'un simple ajustement du volume ajouté à l'échantillon, même une sauvegarde de VMS est possible.

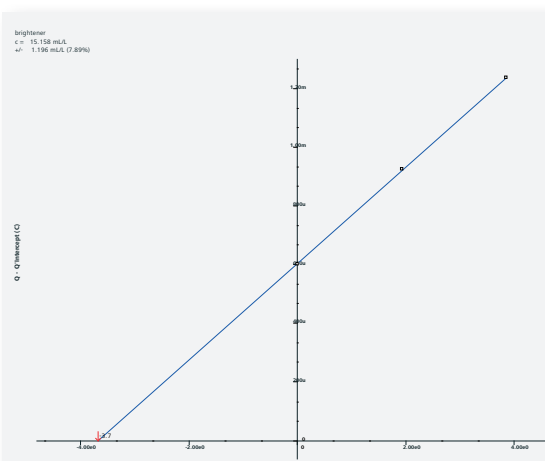
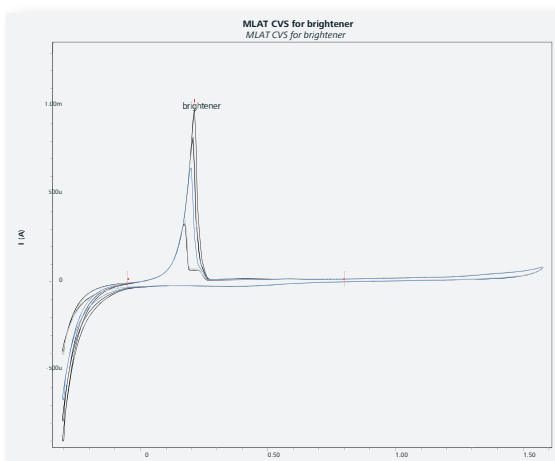


Courbe de mesure pour une détermination de supprimeur – titrage de dilution

Détermination de brillanteur

Les techniques MLAT (Modified Linear Approximation Technique) ou LAT (Linear Approximation Technique) permettent une quantification rapide, simple et précise de la quantité de brillanteur ajouté. En seulement quelques minutes, le résultat peut être relevé sur l'écran, exporté vers un LIM (Ligne Interface Module) ou utilisé pour la création automatique de rapport. La détermination

quantitative des additifs a lieu indirectement, par l'intermédiaire de leur influence sur le dépôt électrochimique du composant principal du bain galvanique. Comme la mesure est basée sur une réaction d'électrode correspondante à la procédure de production, l'activité des additifs et par conséquent leur efficacité dans le processus de galvanisation peuvent être directement mesurées.



Courbe de mesure pour une détermination de brillanteur – MLAT



Détermination de lisseur

Hormis les additifs cités précédemment (brillanteur et supprimeur), on ajoute dans les bains galvaniques modernes une troisième substance (lisseur). Avec le Computrace VA 797, il est aussi facile d'analyser cet additif de bain. La méthode de détermination des lisseurs, également réalisée en deux étapes (étalonnage et détermination), complète le contrôle global des composés utilisés.

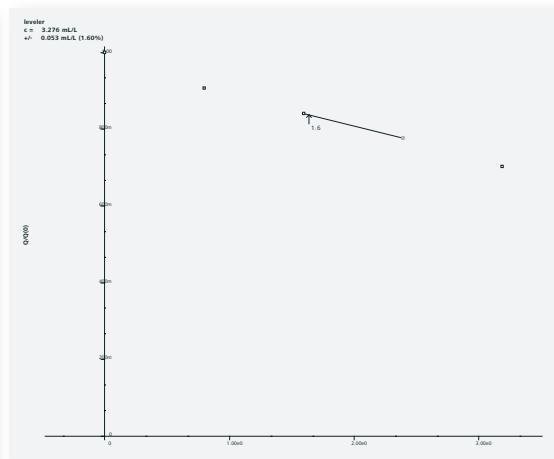
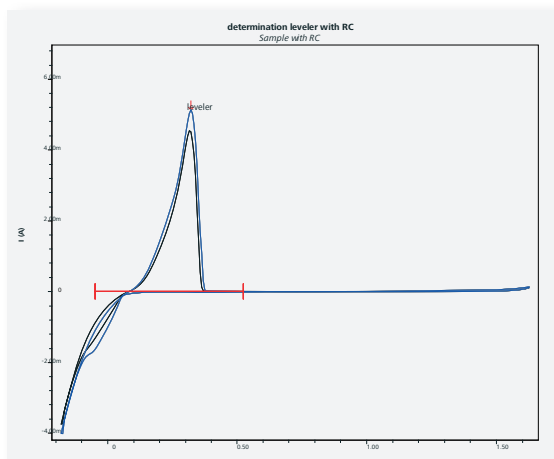
Courbe de réponse

Dans ce mode de mesure, similaire à la détermination de supprimeur par titrage de dilution (DT = Dilution Titration), une courbe d'étalonnage ou de réponse est enregistrée à la première étape. Un électrolyte fait de VMS et d'additifs est utilisé ici comme solution de base. Cette courbe d'étalonnage est valable sur une longue période

mais peut être vérifiée ou refaite n'importe quand. Chaque mesure est retraceable et peut être sauvegardée sur le disque dur. L'étalonnage peut être réalisé n'importe quand: pendant, entre ou après des séries d'échantillons.

Détermination

Le logiciel se charge automatiquement des paramètres de mesure et des données d'étalonnage à partir de l'étalonnage effectué au préalable, il les inclut dans la méthode de mesure et est donc prêt pour la mesure en seulement quelques étapes. L'échantillon de bain peut être ajouté directement à la solution d'électrolyte préparée ou les solutions peuvent être renouvelées.



Courbe de mesure pour une détermination de lisseur – courbe de réponse



CompuTrace VA 797 – la solution pour le laboratoire

Pour la détermination d'additif, ce système de mesure de laboratoire permet des procédures rapides, flexibles et très précises. Les mesures CVS peuvent être réalisées dans toute sorte de laboratoire, même dans un espace très limité.

Utilisation manuelle ou automatisée

Sans accessoires supplémentaires, la version de base de CompuTrace VA 797 représente un système d'analyse complet répondant aux exigences les plus grandes de sensibilité et de précision. Nous pouvons vous offrir ce qui vous convient le mieux avec différentes options de mise à niveau.



Systèmes MVA pour la technique CVS

07

Nos recommandations pour la détermination d'additif avec la CVS

Le système semi automatisé Computrace VA 797 réalise facilement la détermination des additifs avec la CVS.

MVA-12 est le système standard pour la détermination de routine d'additifs organiques dans les échantillons individuels. Sans passeur d'échantillons, il permet des déterminations confortables avec un minimum d'interventions de la part de l'opérateur. L'addition automatique de solutions auxiliaires, comme les solutions VMS, d'intercept ou d'étalon est réalisée avec les systèmes de dosage Dosinos 800. Pour la détermination de brillanteur, l'échantillon doit être ajouté manuellement. Pour la détermination de supprimeur, l'ajout d'échantillon est également automatique. Par le biais d'une pompe fournie en option, le récipient de mesure peut être automatiquement rincé après chaque analyse.

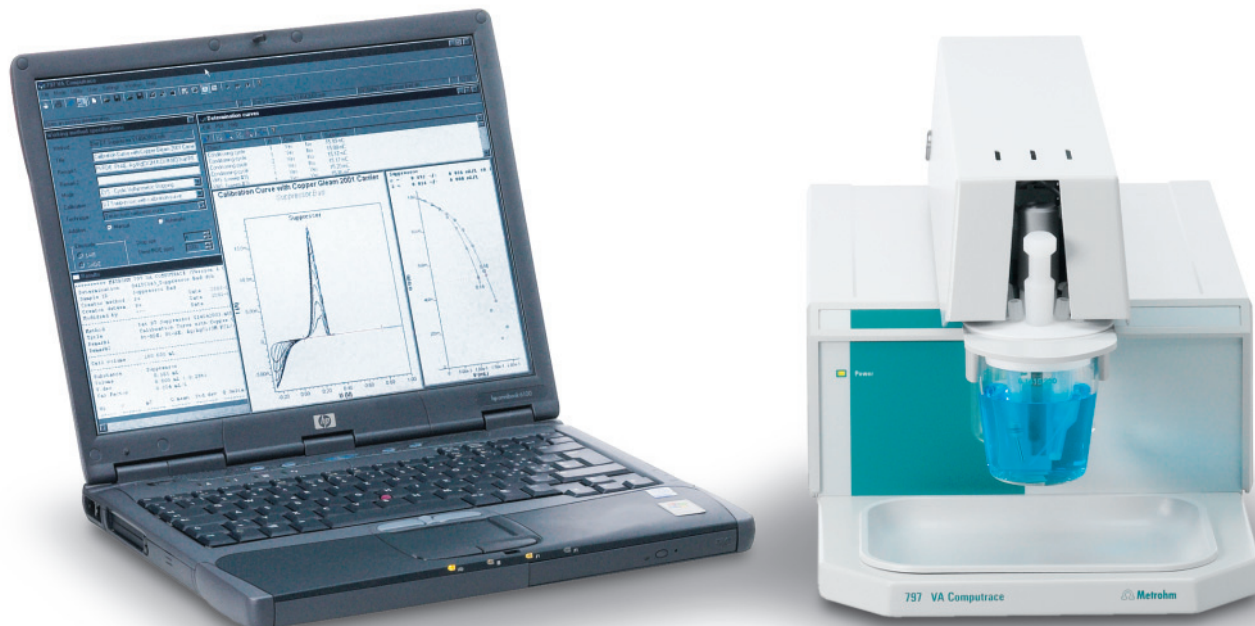
Détermination totalement automatique d'additifs dans des séries d'échantillons.

Système totalement automatique avec passeur d'échantillons pour l'analyse CVS en routine dans un laboratoire.

MVA-13 est notre système de pointe pour la détermination d'additifs dans les bains galvaniques, avec des échantillons ajoutés automatiquement par le passeur d'échantillon 838 Advanced VA Sample Processor. Ainsi la détermination de la teneur en supprimeur est possible jusqu'à 56 échantillons.

Pour les brillanteurs, la détermination est réalisable jusqu'à 28 échantillons. La possibilité de réaliser des déterminations de réétalonnage pendant des séries d'échantillons garantit une précision remarquable. Il est aussi possible de combiner différentes méthodes dans une procédure de mesure individuelle. La 843 Pump Station est utilisée pour vider et rincer automatiquement le récipient de mesure après chaque échantillon.





Les 10 avantages principaux

Computrace VA 797 offre de nouvelles possibilités:

- Analyse de traces par voltampérométrie et détermination d'additifs en galvanoplastie avec un seul appareil
- Précision exceptionnelle grâce à la combinaison d'électrodes Metrohm solide et de référence ayant fait leurs preuves, avec un potentiostat à haute sensibilité.
- Parfaite manipulation de liquide avec la technologie Dosino
- Automatisation avec le 838 Advanced VA Sample Processor, le 875 ProcessLab ou un système online Applikon ADI 2045 VA.
- D'importantes méthodes d'analyses de constructeurs de bains de plomage sont livrées
- Exportation de résultats dans différents formats
- Assurance qualité intégrée avec mode BPL, droits d'accès pour chaque utilisateur et test d'électrodes automatique
- Maniement simple grâce à une interface utilisateur clairement structurée, orientée sur le concept Windows
- Connexion au port USB du PC
- Thermostatisation (en option)

Assurance qualité – pas de problèmes avec le Computrace VA 797

09

Droits d'accès

Les droits d'accès à chaque section de programme peuvent être définis librement pour chaque utilisateur. Ceci permet une gestion d'utilisateurs très confortable.

Valider avec l'assistant BPL

Le logiciel contrôle de façon autonome les intervalles de validation du système d'analyse et informe l'utilisateur quand la prochaine validation est attendue. Chaque rapport indique si le système est validé. L'assistant BPL guide l'utilisateur pas à pas à travers les différents tests de validation et en juge automatiquement la validité.

Diagnostic

Le programme de diagnostic intégré permet de contrôler les composants individuels de l'appareil. Le diagnostic fait partie de l'assistant BPL mais peut être effectué de manière indépendante.

Test d'électrodes

Avant chaque détermination, les électrodes utilisées sont testées automatiquement. S'il y a un problème, l'électrode défectueuse est identifiée et l'erreur est affichée à l'écran. Il est également possible de déclencher le test manuellement pour contrôler la fonctionnalité du système.

Évaluation des courbes

Le logiciel du Computrace VA 797 évalue les courbes mesurées et calcule le résultat final.

Qualité certifiée

Le développement de l'appareil et du logiciel ainsi que leur fabrication ont lieu conformément à des critères de qualité très stricts, pour lesquels nous éditons un certificat de qualité. L'électrode de référence, les électrolytes et les étalons contenus dans les accessoires sont identifiables grâce à leurs numéros de série et sont livrés avec des certificats individuels.



Systemes «at-line» ProcessLab – détermination d'additifs organiques orientée processus et pleinement automatique

10





Systèmes d'analyses «at-line» comparés à ceux «on-line»

Dans le système «at-line», l'échantillon est prélevé manuellement et transféré au système. Il est ainsi facile d'analyser différents échantillons d'unités diverses et à des étapes différentes. Contrairement à ce type d'analyse, dans le système « on-line », l'échantillon est automatiquement transféré dans le système à l'aide d'un bypass.

Système totalement automatique ou semi automatique avec ou sans passeur d'échantillons pour l'analyse CVS «at-line».

La voltampérométrie (VA), déjà bien installée dans les laboratoires, ainsi que la voltampérométrie cyclique inverse (CVS) sont aussi utilisées pour l'analyse de routine sur site. ProcessLab est idéalement conçu pour la détermination d'additif dans les bains électrolytiques. Les échantillons sont transférés au système un par un ou de manière automatique à l'aide d'un passeur d'échantillons.

Tous les éléments sont disposés dans un solide boîtier protecteur contre les éclaboussures (IP54), pour une utilisation dans des conditions de production difficiles. Une unité de commande à touches tactiles permet une utilisation simple et confortable.

Le système est contrôlé par le logiciel ProcessLab, avec une interface d'utilisateur simplifiée. Des séquences d'analyses définies peuvent être démarrées par un appui sur une touche, ce qui garantit des procédures sans erreur. Le système est configuré selon les exigences de processus et se trouve ajusté au mieux aux conditions de processus.

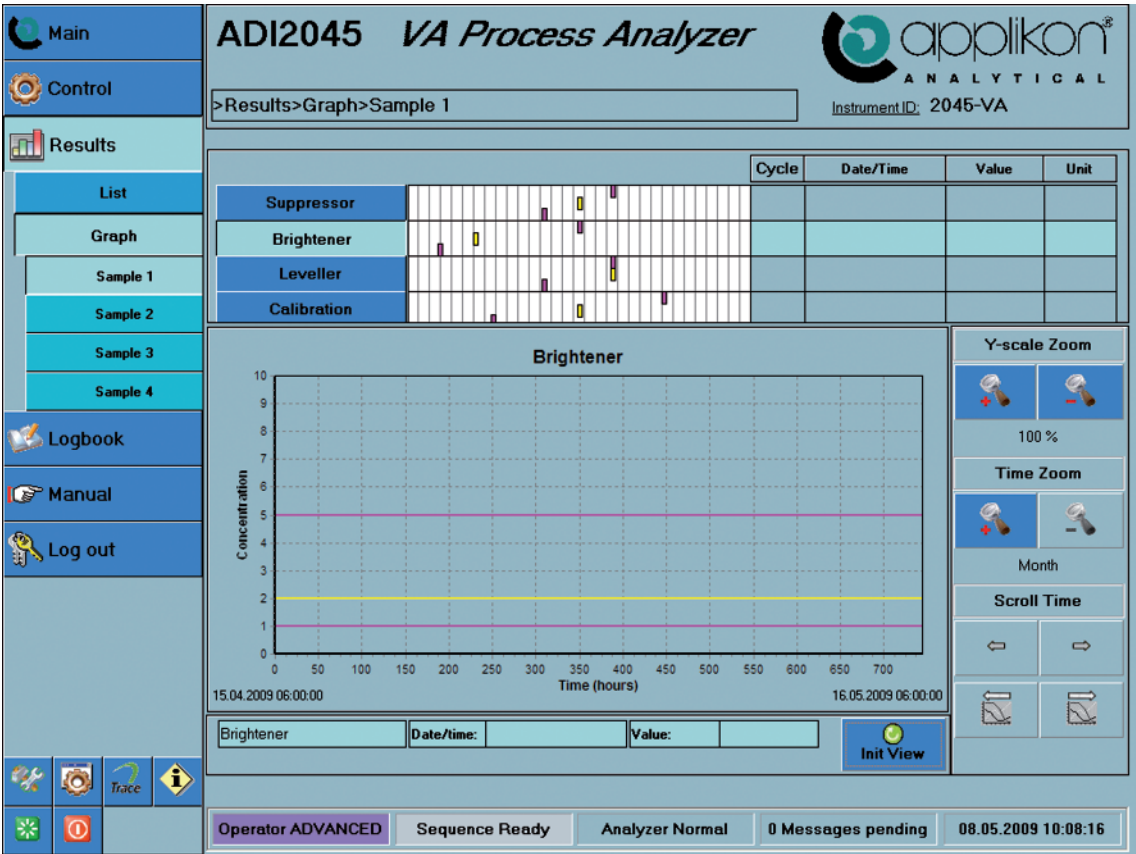
Une base de données avec option de représentation graphique des résultats dans un graphique de commande du traitement statistique (SPC) fournit des informations sur l'état de la ligne de production et permet un contrôle de chaque instant.

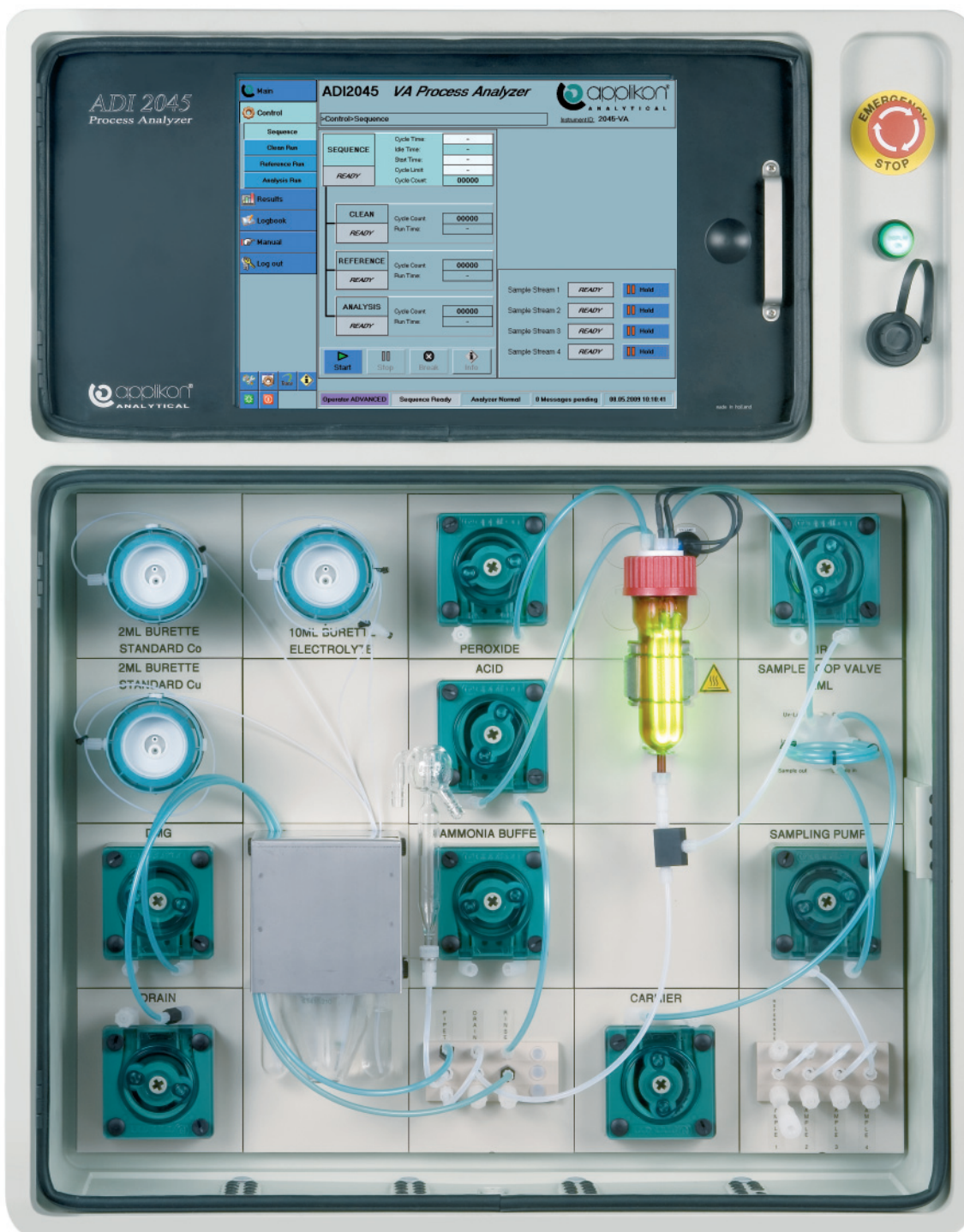
Analyses de processus «on-line» par CVS

Applikon ADI 2045 – Détermination totalement automatique «on-line» d’additifs organiques par CVS

L’Applikon 2045VA est un dispositif «on-line» permettant de réaliser des analyses par voltampérométrie. Cette technique de mesure est utilisée depuis des décennies pour les analyses de routine de laboratoire; Applikon l’a maintenant mise en œuvre «on-line» avec succès. Les contrôles qualité des bains galvaniques par CVS peuvent maintenant se faire directement dans des environnements fonctionnels.

Le système est contrôlé par la combinaison d’un PC industriel et d’un contrôleur logique programmable (PLC). Alors que le PLC contrôle toutes les unités externes et les pompes supplémentaires, le PC contrôle le VA Computrace et les systèmes de dosage Dosino qui sont connectés. L’interface utilisateur à écran tactile permet un manie- ment simple et intuitif. Si nécessaire, un clavier ou une souris USB supplémentaire peut être relié au système. La section de fonctionnement du logiciel contient un grand nombre d’options, alors que dans la section état, il est possible de vérifier à tout moment l’état du système.





Informations techniques

Système de laboratoire

Computrace VA 797	Poste de mesure voltampérométrique avec potentiostat et galvanostat intégrés.	
Potentiostat/galvanostat	Gamme de tension	±5 V
	Tension de sortie	±12 V
	Gamme de courant	±80 mA
	Mesure de courant	7 gammes (10 nA à 10 mA)
	Vitesse de balayage	<1 mV/s...35 V/s (avec une résolution de 1 mV) <1 mV/s...35 V/s (avec une résolution de 10 mV)
Branchement au secteur	Tension	100...240 V; fréquence 50...60 Hz
	Puissance	120 W
Températures	Gamme de fonctionnement	0...45 °C à 20...80% d'humidité relative
	Nominale	

ProcessLab – analyses de processus «at-line»

Echantillon	Fréquence d'échantillonnage	1...20 / jour
	Temps d'analyse typique	<15 min
	Types d'échantillons	>10
	Volumes d'échantillons	0,2 mL...250 mL
	Température d'échant.	5 °C...45 °C
Connexions	Entrées numériques	24 V DC, par ex. arrêt d'urgence, capteurs de niveau de liquide, ...
	Sorties numériques	24 V DC, agitateur, pompes péristaltiques, ...
	Entrées analogiques	4...20 mA, variable nombre
	Sorties analogiques	4...20 mA, variable nombre
	Sorties relais	1 A à 120/230 V
Fonctionnement	Ecran TFT avec clavier à membrane pleinement fonctionnel et tablette tactile	
	Ecran tactile en option	
Température	Gamme de fonctionnement	0...+40 °C à 20...80% d'humidité relative
	Nominale	

ADI 2045VA – analyses de processus «on-line»

Echantillons et débit d'échantillon	Fréquence d'échantillonnage	programmable
	Temps d'analyse	typiquement approx. 30 min
	Courants d'échant.	maximum 4
	Volumes d'échantillons	0,2 mL...50 mL
	Température d'échant.	5 °C...45 °C
Connexions	Pression d'échant.	0...0,5 bar, i.e. 0...7,2 psi (sans préparation)
	Sortie résultats (analogique)	4...20 mA, max 16 canaux
	Télécommande numérique	24 V DC, Démarrer, Arrêter, Continuer, Echantillons 1, 2, 3, 4
	Détecteur entrée numérique	24 V DC, max 12 canaux (détecteur de fuites, contrôle de réactif, etc.)
	Relais sortie numérique	2 A, Power On, séquence en cours, Alerte, Erreur, Alarme de résultat, 1,2,3,4, Service
Généralités	Fonctionnement écran tactile	



Informations de commande

15

2.797.0030

Computrace VA 797 – la solution pour le laboratoire

Computrace VA 797 pour la détermination d'additifs dans des bains galvaniques par CVS (Cyclic Voltammetric Stripping). Poste de mesure avec potentiostat et galvanostat intégrés. Système à trois électrodes avec électrode à disque tournant en platine (Pt-RDE), électrode de référence Ag/AgCl et électrode auxiliaire en platine. Peut être équipé d'une électrode multi-mode (MME). Comprend un logiciel PC 6.6053.010 ainsi que de nombreux accessoires pour la mise en route du poste de mesure.

MVA-12

Le système semi automatisé Computrace VA 797 réalise facilement la détermination des additifs organiques.

1 x 2.797.0030	Computrace VA 797
3 x 2.800.0010	800 Dosino
1 x 6.3032.250	Unité de distribution 807 (verre), 50 mL
2 x 6.3032.120	Unité de distribution 807 (verre), 2 mL
1 x 2.843.0040	843 Pump Station (en option)
1 x 2.846.0010	Interface de dosage (en option pour la connexion de 4 800 Dosinos supplémentaires)

MVA-13

Système semi automatisé Computrace VA 797, pour la détermination sans surveillance des additifs organiques.

1 x 2.797.0030	Computrace VA 797
1 x 2.838.0310	Passeur d'échantillons 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	Unité de distribution 807 (verre), 50 mL
3 x 6.3032.120	Unité de distribution 807 (verre), 2 mL
1 x 2.846.0010	Interface de dosage (en option pour la connexion de 4 800 Dosinos supplémentaires)

ProcessLab – analyses de processus «at-line»

Une vaste gamme de modules et composants supplémentaires est disponible. En voici une petite sélection:

- Amplificateur de mesure ProcessLab pour la connexion de différents capteurs
- Entrée et sortie numérique ProcessLab 24 V DC
- Entrée et sortie analogique ProcessLab 4...20 mA
- Sortie relais ProcessLab
- Connexion de capteur ProcessLab
- Récipient de mesure ProcessLab avec agitateur et différents récipients de mesure
- Pompe péristaltique ProcessLab à 40 mL/min, 120 mL/min ou 320 mL/min
- Système d'échantillonnage ProcessLab avec boucles d'échantillon associées
- Pipettes à trop-plein ProcessLab de différentes tailles
- Module électrovanne ProcessLab pour le contrôle des courants de liquide
- Conteneurs de différentes tailles, avec capteur de niveau de liquide

Contactez SVP vos représentants locaux pour une conception et des dimensions précises de votre système ProcessLab. Grâce à sa modularité, le dispositif s'adapte parfaitement sur site de façon à satisfaire les exigences spécifiques.

Adresse de contact ProcessLab
www.metrohm-processlab.com

Adresse de contact «analyses de processus on-line»
www.applikon-analyzers.com

www.metrohm.com

