

Erfolgsfaktoren bei der Automation komplexer Titrations in der Galvanotechnik

Zwischen den Unternehmen Dr.-Ing. Max Schlötter GmbH & Co. KG (Geislingen/Steige) und der Deutsche Metrohm GmbH & Co. KG existieren enge Geschäftsbeziehungen, die im Endeffekt dem Kunden zugute kommen. Schlötter berät seine Kunden rund um die Auswahl der optimalen Bäder, Metrohm wiederum unterstützt Schlötter in der exakten Badanalytik.

Mit ca. 750 verschiedenen Produkten bedient Schlötter seine Kunden in den Bereichen Korrosionsschutz, Verschleißschutz, dekorative Beschichtungen, Elektrotechnik und Leiterplattenproduktion. Ziel ist es, die kundenseitig gewünschten Oberflächen zuverlässig und in gleichbleibend hoher Qualität auszustatten. Der dazugehörige Analysenservice für die Bäder spielt dabei eine wichtige Rolle.

Hier ergeben sich eine ganze Reihe von Parallelen zwischen Schlötter und Metrohm. Schlötter berät seine Kunden rund um die Auswahl der optimalen Bäder. Metrohm wiederum unterstützt Schlötter in der exakten Badanalytik. So können zum einen eine gleichbleibend hohe Qualität dauerhaft gesichert und neue Forschungsansätze gezielt verfolgt werden. Sowohl bei Schlötter als auch bei Metrohm spielt der Service u.a. eine entscheidende Rolle für den Unternehmenserfolg.

1 Genaue Bedarfsermittlung

Die Weichen für die spätere Zufriedenheit mit der umgesetzten Systemlösung werden bereits bei der Beratung gestellt. Anforderungen werden analysiert und Lösungsansätze gemeinsam erarbeitet. Im hauseigenen Servicelabor von Schlötter werden jährlich ca.



Abb. 1: Das Schlötter-Forschungsgebäude

17000 Proben, mit durchschnittlich drei titrimetrischen Bestimmungen je Kundenbad, analysiert. Hier hat die Titration als robuste Analysetechnik ihren festen Platz. Sie kombiniert höchste Präzision und hohen Probendurchsatz. Dabei kommen vor allem folgende Verfahren zum Einsatz:

- Säure-/Base-Bestimmungen
- Redox titrationen
- Argentometrie
- Komplexometrie
- Fluorometrie

Das zeitnahe Monitoring der eingesetzten Bäder ist für die Kunden von Schlötter sehr wichtig. Nahezu 85% der eingehenden Analysenproben werden innerhalb von 24 Stunden durch die Titrationssysteme abgearbeitet. Eine ständige Einsatzbereitschaft der Analysengeräte ist zwingend erforderlich.

2 Systeme mit Ausbaupotential

Bei der Wahl des Analysensystems liegt der Blick auf einer passgenauen Zusammenstellung der einzelnen Gerätekomponenten. Darüber hinaus gilt bei den Investitionen bei Schlötter stets die Vorgabe: Analysensysteme müssen mit den Anforderungen wachsen und zukünftige Entwicklungen sind mit einzubeziehen. Das heißt, je flexibler das System für wachsende Probenzahlen, Einbindung von Fremdgeräten, neuen Methoden etc. ausgelegt ist, umso mehr lohnt sich die Investition für die Zukunft.

Während in den siebziger und achtziger Jahren viele Bestimmungen manuell durchgeführt wurden, führte die wachsende Anzahl an Kundenproben, die zunehmende Vielfalt an Untersuchungsparametern, sowie wirtschaftliche Anforderungen zu konzeptionellen Änderungen. Die manuellen Arbeiten wurden im Labor soweit machbar auf ein absolutes Minimum reduziert, um die Verfügbarkeit der Ergebnisse zu be-



Abb. 2: Titrationssysteme

schleunigen. Auch für zukünftige, bisher nicht angefragte analytische Aufgaben, mussten die Systeme gerüstet sein.

Bereits Ende der 80er Jahre erfolgte die erste Automatisierung von Titrations mit dem Titroprocessor 670. Der Ersatz dieses äußerst robusten Analysengeräts erfolgte im Jahr 2005 auf der Basis von Titrando, Robotic Sample Processor und mit der Steuersoftware *tiamo*. Die Installation eines weiteren Geräts im Servicecenter erfolgte im Jahr 2011.

Nach dem Laborumbau der internen Qualitätssicherung für Wareneingangs- und Ausgangskontrolle wur-



Abb. 3: Bestimmung organischer Additive in einem Kupferbad mittels CVS

den dort drei weitere automatisierte Messplätze in Betrieb genommen (Abb. 2). Heute durchlaufen dort ca. 6000 Proben jährlich, mit durchschnittlich 1–2 titrimetrischen Bestimmungen, die interne Qualitätskontrolle der Badzusätze und der Produkte für die Vor- und Nachbehandlung.

Neben der Titration wird in der Badanalytik auch die CVS (Cyclovoltammetric Stripping)-Methode eingesetzt, um organische Komponenten zu analysieren (Abb. 3).

Tabelle 1 bietet einen Auszug über das o.g. Proben- und Analysenspektrum mit Metrohm Geräten.

3 Flexibilität als Mehrwert

Die Vorteile wie Zeit- und Kostenersparnis sind hinlänglich bekannt. Neben der Automation der Titration durch die Software *tiamo* lassen sich auch weitere Methoden ohne Zusatzkosten einbinden und zeigen so einen Gesichtspunkt der dadurch erreichbaren Flexibilität. Zum Beispiel wurde der Allein-Arbeitsplatz für die Netzmittelanalytik mittels Dünnschichtchromatographie (DC) ohne zusätzliche Investition durch eine Messplatzergänzung in das automatisierte Titrationsystem integriert. Bereits erste Vergleichsmessungen mit der DC gaben eine sehr gute Übereinstimmung. Nach einer mehrwöchigen Test- und Optimierungsphase ist die NIO-Bestimmung (Nichtionische Tenside) jetzt im Routinebetrieb integriert. Durch die freigewordene Laborarbeitsplatzfläche und die Zeiterparnis wurden wertvolle Ressourcen gewonnen.

4 Klare Strukturen bei der Messdatenerfassung

Unterschiedlichste Schlötter-Bäder erfordern unterschiedlichste Analytik. Inzwischen sind über 50 Titrationsmethoden im Einsatz, und die Vielzahl an Proben wird dennoch übersichtlich und zeiteffizient organisiert. Bearbeitungsschritte können ineinander verschachtelt werden oder laufen parallel ab.

Besonders geschätzt wird die intuitive und übersichtliche Bedienung mit *tiamo*. Ohne langes Suchen nach dem Ergebnis zeigt das Resultat-Fenster alle wichtigen Rohdaten, Resultate und Berechnungsdetails in kompakter Form an.

5 Effizienz bei Serviceleistungen

Durch die räumliche Nähe beider Labore können die mit *tiamo* bestens vertrauten Anwender sowohl die

Tab. 1: Proben- und Analysespektrum mit Geräten von Metrohm

<i>Badtyp/Medium</i>		<i>Analyt</i>	<i>Methode</i>
Vorbehandlungsbäder	Entfetter Beizen	NaOH, Na ₂ CO ₃ , Phosphate; HCl, H ₂ SO ₄	Titration, pH-El.
Kupferbäder	cyanidisch sauer	Cu, KOH, KCN Cu, H ₂ SO ₄ , Cl Additive, Suppressor, Brightener	Titration Cu-ISE, pH-El., Ag-El. CVS
Nickelbäder		Ni, Cl, H ₃ BO ₃ , Glanzbildner	Titration, pH-El., Ag-El., Pt-El.
Silberbäder		Ag, KCN, K ₂ CO ₃	Titration, pH-El.
Zinkbäder	sauer alkalisch	Zn, Cl, H ₃ BO ₃ , NH ₄ Zn, NaOH, Na ₂ CO ₃	Titration, pH-El., Pt-El.
Zn-Leg. Bäder	sauer alkalisch	Zn, Cl, H ₃ BO ₃ Zn, NaOH, Na ₂ CO ₃	
Passivierungen		Cr, Säure	
Zinnbäder		Sn, Säure	
Chemisch Nickel		Ni, Reduktor, Komplexbildner	Titration Cu-ISE, Pt-El., pH-El.
Gehaltsbestimmungen in der Warenein- und Ausgangskontrolle QS-Labor		Organische Säuren und deren Salze, Metallanalysen, Tensidanalysen	Titration pH-El. Cu-ISE, F-ISE, NIO-El.

Systeme im Servicelabor als auch in der Qualitätssicherung betreuen. Sämtliche Arbeiten am System werden von den Anwendern selbst durchgeführt. Dazu gehören der Austausch von Verbrauchsmaterial und die Optimierung der Methoden.

Störungsfreier Betrieb und optimale Sicherheit gewährt die einmal jährlich durchgeführte Wartung durch den spezialisierten Metrohm Titrations-Servicetechniker. Die Wartung beinhaltet auch die Überprüfung und Kalibrierung der Dosier- und Wechselnheiten mittels eines Dosing-Tests. Präzise arbeitende Dosiersysteme sind die Basis für richtige und reproduzierbare Messergebnisse. Die entsprechen-

den Dokumente werden als Q-Nachweis, z.B. in Audits verwendet. Insgesamt resultiert daraus eine Verlängerung der Lebens- und Betriebsdauer sowie ein positiver Beitrag zum reibungslosen Arbeiten.

Fazit: Flexible Titrations-Automatensysteme sind die „Arbeitspferde“ für die Badanalytik in der Galvanik und tragen zur Steigerung der Produktivität in der Qualitätssicherung des Unternehmens spürbar bei. Eine partnerschaftliche Kundenbeziehung ermöglicht eine optimale Ausrichtung der Analysensysteme in der Galvanotechnik von High-Tech-Oberflächen.

-P. Walz, G. Walz (Schlötter)/H. Reiser (Metrohm)

www.schloetter.com/www.metrohm.de