

Aus dem Labor in die Produktion gewandert

Automatisierte Analytik durch Titration

Der Einsatz der Titration zur Überwachung der Qualität im Produktionsprozess hat viele Vorteile. Die Analysenmethode ist einfach durchzuführen und liefert schnell und zuverlässig präzise Ergebnisse. Der Aufwand der Implementierung hält sich in Grenzen, ein komplettes Labor ist nicht erforderlich. Das Verfahren ist vielseitig einsetzbar, in der pharmazeutischen und chemischen Industrie ebenso wie in der Lebensmittelindustrie, der Umwelttechnik und der Galvanik.

Die Titration ist heute selbst im Schichtbetrieb einfach und unproblematisch durchführbar. Man entnimmt eine Probe aus der Produktion, füllt sie in einem Becherglas mit Wasser auf und stellt das Glas auf den Magnetrührer eines automatischen Titrators, beispielsweise des TL alpha plus. Nach dem Start dosiert dieser ein geeig-

währen sich auch unter schwierigen Bedingungen viele Jahre im Dauereinsatz. Es sind zahlreiche Bestimmungsmethoden für die unterschiedlichsten Anwendungen erprobt. Der Gehaltsbereich kann dabei von Spurengehalten bis 100 % gehen. Hier einige Beispiele:

- Gehaltsbestimmungen von pharmazeutischen Wirkstoffen
- Konzentrationen von Säuren und Basen, Wassergehalt, Chlortitration u.a. in Lebensmitteln
- Bestimmung von Haupt- und Nebenkomponenten in vielen unterschiedlichen Rohstoffen und Produkten der chemischen Industrie
- Wassergehalt, TAN und TBN in der Mineralölindustrie

- Bestimmung von funktionalen Gruppen, Wassergehalt und Reinheitskontrollen in der Kunststoff- und Lackindustrie
- Trinkwasser-, Abwasser-, Boden- und Schlammuntersuchungen
- Analyse der Entfettung (Reinigung der Oberfläche), der Dekapierung (Aktivierung, Reinigung von Alkali), und von Chrombädern (Beschichten der Oberfläche) in der Galvanik

Einsatzbeispiel Galvanik

Die Galvanik ist ein gutes Beispiel für den Einsatz der automatischen Titration, weil hier produktionsnah, ohne Labor Qualitätsparameter ermittelt werden und ausgebildete Laboranten in der Regel nicht zur Verfügung stehen. In der Galvanik werden viele Reinigungs-, Aktivierungs- und Beschichtungsbäder eingesetzt. Die Bestandteile können Metalle sein, die der Beschichtung dienen oder von Metallen abgelöst wurden. Viele Bäder enthalten recht konzentrierte Säuren oder Laugen, die nur bei bestimmten Konzentrationen ihre Wirkung entwickeln. Dabei sind zum Beispiel alle Verfahren der modernen Halbleiterfertigung nicht enthalten.

Betrachtet man allein die sicherheitsrelevanten Teile am Auto, so findet man schnell Bauteile, die nur durch galvanische Behandlung den Anforderungen der täglichen Praxis genügen können. Ein Beispiel sind die Brems- und Hydraulikleitungen. Voraussetzung ist, dass diese Behandlung fachmännisch durchgeführt und auch überwacht wird. Die Kontrolle der galvanischen Bäder findet am besten per Titration statt. Die Titration liefert die



Komplett ausgestatteter Titrationsmessplatz mit Probenwechsler und PC

netes Reagenz, so lange bis er mithilfe eines Sensors das Titrationsende erkennt und den Vorgang abbricht. Aus dem dosierten Volumen berechnet der Titrator den Gehalt in der Probe.

Die Titration ist ein Absolutverfahren. Das Analysenergebnis wird direkt aus der molaren Masse der beteiligten Stoffe erhalten. Eine Kalibrierung ist nicht notwendig. Man benötigt nur eine einfache Ausrüstung zur Umsetzung. Die Anwendung ist in der Regel einfach und liefert ein schnelles Ergebnis. Die Titration ist zudem ein besonders robustes Verfahren, die heutigen Geräte be-



Ein automatischer Titrator TL alpha plus

richtigen Methoden mit den genauesten Ergebnissen. Ein automatischer Titrator ist heute eine kompakte Einheit mit wenigen Bedientasten, einem hoch genauen Dosiersystem, beinhaltet die Reagenzienflasche und einen fest integrierten Magnetrührer. Ein Sensor taucht in die Lösung ein und detektiert das Ende der Titration.

Aus dem Verbrauch des Reagenz wird das Ergebnis automatisch berechnet und auch dokumentiert. Optimal ist natürlich, wenn die Proben zeitnah direkt an der Produktion und der Galvanisierung gezogen werden und auch gleich titriert werden können. Entgegen der gängigen Meinungen gibt es für den Aufbauort nur wenige Ansprüche. Selbst für die komplett automatisierte Titration mit einem Probenwechsler inklusive PC reicht ein kleiner Platz mitten in der Produktion aus. Wenn dieser ein wenig geschützt ist, ist das zwar von Vorteil, aber nicht unbedingt erforderlich.

Zuverlässig und nachvollziehbar

Erfolgt die Bedienung über einen PC, so können alle Ergebnisse in einer Datenbank

nachvollziehbar dauerhaft gespeichert werden. Auch ohne PC können die Analyseergebnisse jedoch automatisch auf einem Drucker ausgegeben und dokumentiert werden. Ein Probenwechsler rechnet sich ab zehn Proben pro Tag in etwa einem Jahr und sorgt für eine gute Reproduzierbarkeit. Die Bedienung des Titrators erfolgt direkt am Gerät. Hier wird die Methode gewählt und die Probenbezeichnung eingegeben (wenn gewünscht). Am PC gibt es meist schon fertig ausgefüllte Probenlisten, die passende wird ausgewählt und wie die Titration am Gerät gestartet. Jede einzelne Titration lässt sich in der Datenbank nachvollziehen und gegebenenfalls wieder sichtbar machen und neu berechnen.

Richtige und sichere Ergebnisse werden durch verschiedene Qualitätssicherungsmaßnahmen erreicht:

- Das Titrationssystem wird vom Hersteller aufgebaut und mit allen Methoden und den entsprechenden Versuchen implementiert. Üblicherweise wird diese Dienstleistung schon im Angebot mit aufgelistet.
- Mindestens ein Anwender wird sorgfältig geschult.

- Für jedes Titrier-Reagenz wird ein Standard bereitgestellt, mit dem der genaue Gehalt in definierten Zeiträumen überwacht und nachgewiesen wird, z. B. alle 30 oder 50 Titrationen per zusätzliche Titration.
- Die Elektroden werden in regelmäßigen Abständen mit Puffern überprüft. Die Prüfung wird nachvollziehbar dokumentiert. Werden komplette Titrationskurven aufgezeichnet und auch gespeichert, können diese auch zur Bewertung der Sensorqualität herangezogen werden.
- Die Richtigkeit der Arbeitsweise wird in geeigneten Abständen, z.B. durch Wartungsverträge, überprüft. Die Überprüfung der Genauigkeit des Dosiersystems erfolgt nach der ISO 8655. Üblicher Intervall ist ein Jahr, wenn die Reagenzien regelmäßig überprüft werden.
- Die Genauigkeit der Pipetten wird auch in definierten Abständen (etwa alle sechs Monate) überprüft. Das dauert nur eine halbe Stunde und sichert genaue Ergebnisse.