

Bild 1. ProcessLab är designat för processkontroll i industrimiljöer som kan vara påfrestande för teknisk utrustning.

At-line analys: – ett nytt sätt för frekvent provtagning i krävande processmiljö

Analyser som kan utföras direkt i processlinjen blir mer och mer eftertraktade. Att kunna registrera förändringar i tillverkningsprocessen, snabbt och effektivt, utan att vara beroende av laboratoriet och till investeringskostnader som är rimliga, får större betydelse. Det ställer nya krav på systemmontage när analyser flyttas från en skyddad laboratoriemiljö direkt ner i processen. För att fungera i anläggningar som tillverkar exempelvis kemikalier, papper och cellulosa behöver systemen vara mycket stabila och optimalt anpassade. Interface för snabb intern och extern kommunikation via Ethernet, in- och utgående linjer, LIMS och databashantering är en självklarhet.

Prisvärd At-line istället för on-line

När antalet provpunkter som behöver övervakas ökar, när ett flertal parametrar ska analyseras eller när analyscyklarna är långa blir det opraktiskt att första ta provet i processlinjen och sedan transporta det till laboratoriet för analys och utvär-

dering. Antalet provtagningar kanske ändå inte är så många att det fullt ut motiverar ett on-line system. En at-line installation, direkt länkad till tillverkningslinjen, kan då bli intressant. Provtagningen sker vid utvalda provtagningpunkter i tillverkningspro-

cessen. Men istället för att ta provet till laboratoriet så laddas det och analyseras på analysystemen som är installerade och direkt länkade till processlinjen. På så sätt kan olika prover från skilda processteg eller enheter snabbt bearbetas. Det finns exempel på där konventionella laboratoriesystem används för at-line analys. Man ska vara medveten om att dessa system inte är utformade för de tuffa villkor som gäller i processmiljöer. At-line systemen, som till skillnad från laboratoriesystemen, är designade för att fungera stabilt i krävande miljöer kan också utbyta information i processmiljön.

ProcessLab som ligger till underlag för den här studien, är ett robust analysystem som är enkelt att sköta. Systemet möter de villkor som ställs för rutinanalyser i industriverksamheter. Systemet är inrymt i ett damm- och spillsäkert hölje. Våtdelen och den elektroniska delen i systemet är hermetiskt åtskiljda från varandra. Systemet är moduluppbyggt och anpassningen till de specifika analys- och tekniska villkor som gäller går enkelt. Inte bara vid installationstillfället, det blir också enkelt att ändra på något i systemkonfigurationen i fall analysvillkoren kommer att förändras på sikt. Se Bild 1.

Gemensam databas för metoder, resultat, övervakning och kontroll
Analysmetoder och resultat registreras centralt och hanteras i en gemensam databas som är användbar för både övervakning och direktkontroll. Data kan exporteras på flera sätt. Med hjälp av Ethernet, via ett LIMS-system som är tillgängligt för processkontroll alternativt via företagets intranät (Se Bild 2 på sidan 25). Via de digitala respektive analoga in- och utgångarna (I/O) inordnas systemet i själva processen. På detta sätt kan systemet reagera på olika ingående signaler. Som exempel kan systemet fås att larma per automatik när uppmätta värden i proverna överskrider eller på annat sätt avviker från förinställda parametrar eller alarmgränsvärden. Med hjälp av en Ethernet-anslutning (RJ45) kan ProcessLab ingå i ett lokalt nätverk eller fullt ut manövreras med fjärrkontroll.

Automatisk analys och provpreparering

Systemet styrs av mjukvaran tiamo™ som installeras i en integrerande industri-PC.

Driftenheten med inbyggd TFT-monitor kan kontrolleras på två sätt. Antingen med tangentbord eller med hjälp av en pekskärm för ett ännu enklare handhavande. Driftenheten och analysmodulerna kan tack vare Ethernet och USB-anslutningar installeras på skilda ställen. Styrkan hos ProcessLab ligger i dess många användningsområden. Flera analyser och en mängd provprepareringstekniker kan användas:

- Direktmätning av pH, redox potential och konduktivitet
- Analyser med jonselektiva elektroder (ISE)
- Potentiometriska titreringar
- Karl Fischer-titrering
- Fotometriska och spektrofotometriska analyser
- Voltammetriska analyser
- Cyklisk voltammetrisk stripping (CVS)
- Vätskehantering för provpreparering

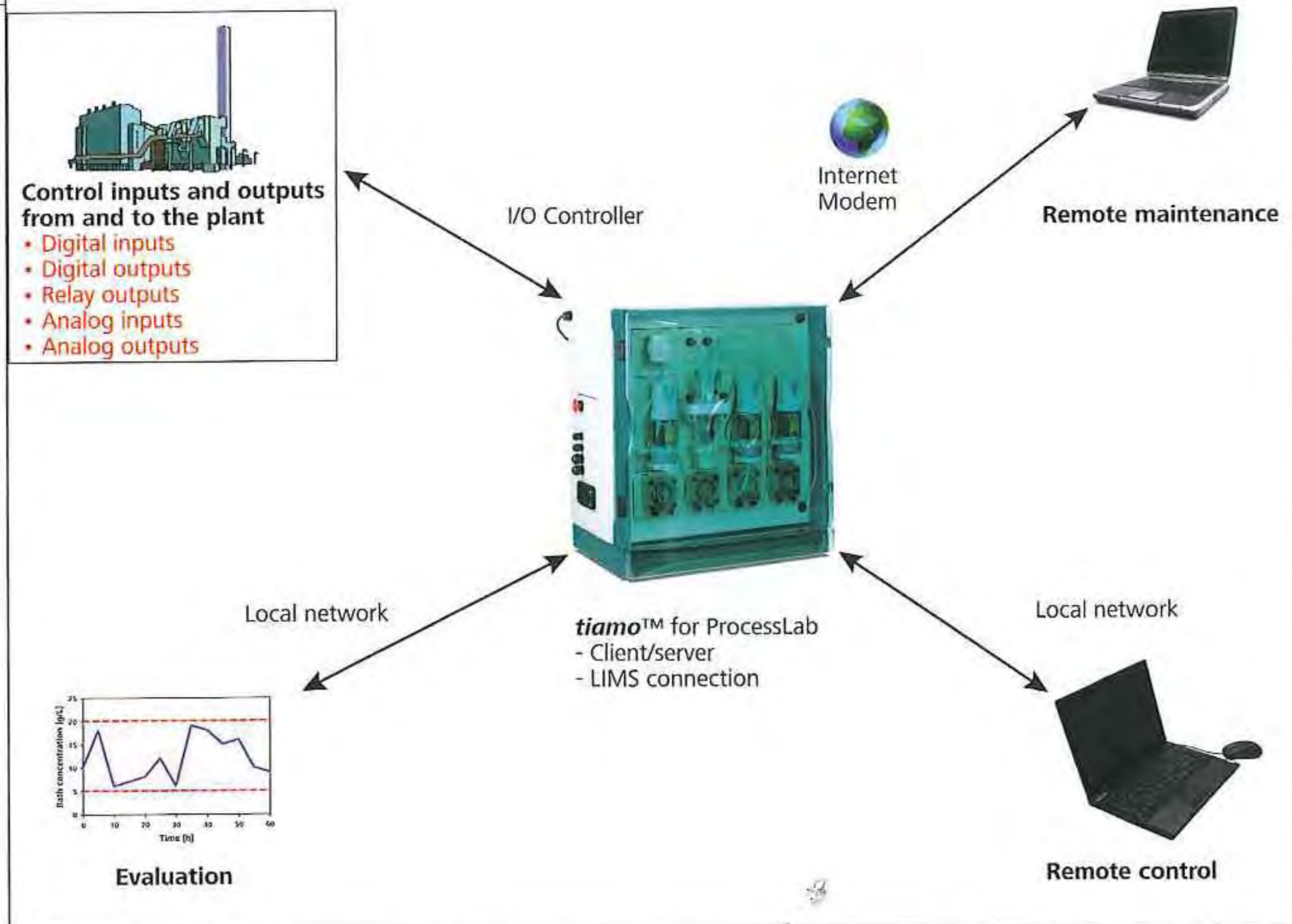


Bild 2. Systeminstallationen medger olika kommunikationsmöjligheter via Ethernet, LIMS eller intranät.

Med andra ord så kan applikationer som innehåller flera steg med provpreparering, analys och utvärdering utföras automatiskt med alla stegen i

en följd. Proverna laddas, antingen manuellt eller när provgenomströmningen är hög via en provväxlare. De analysmetoder som har utvecklats på laboriet i mjukvaran tiamo™ kan smidigt och snabbt överföras till ProcessLab.

Som tillägg till dessa tekniker kan också en tredjeparts-utrustning integreras för bestämning av ytterligare parametrar som temperatur, densitet, tryck, brytningsindex och viskositet för att nämna några exempel. Data från dessa parametrar lagras i samma databas. Spännvidden som omfattar analysmetoder och parametrar har med ens ökat väsentligt. Kombinationsmöjligheterna är många och anpassningarna sker efter de analytiska förutsättningarna som gäller för respektive installation. Funktionerna som systemet ska ha styr vilka systemdelar som kommer att ingå i det kompletta systemet. Därför kan ett system bestå av ett fåtal eller flertal systemdelar. Se Bild 3.

Modulära system medger många processanalyser. Många provutvärderingar kan fås genom olika typer av titrering. ProcessLab utnyttjas förutom för konventionell titrering också för bestämningar med voltammetrisk titrering

Sample loops
A flexible solution for metering variable sample volumes with an 800 Dosino

Sensors
All the usual Metrosensor pH and redox electrodes, ion-selective electrodes (ISEs) and conductivity cells can be used

Loop sampling system
With fixed volumes for quick and exact dosing of defined sample volumes

800 Dosino
For the exact addition of titrants and auxiliary reagents

Measuring cell with magnetic stirrer
For accurate and reproducible titrations

Valves
For a wide range of liquid handling tasks

Peristaltic pumps
For adding reagents and auxiliary components or also for automatically rinsing and cleaning measuring vessels

Bild 3. ProcessLab skräddarsys efter varje särskild applikation. Här ett system för ett antal olika våtkemiska analyser.

Bransch	Analysteknik	Applikation
Bilindustri alkalinitet,	Titration	Fri och total aciditet, NO_2^- , Zn^{2+} och F^- i olika bad och fosfateringsprocesser
Ytbehandlings- industri	Titration Titration Titration CVS ¹	Cu^{2+} och H_2SO_4 kopparbad Ni^{2+} och H_3BO_3 i nickelbad $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ och fri och total aciditet i etsbad Bestämning av organiska additiver som blekm edel och suppressorer i sura kopparbad
Kemisk industri	Titration Titration	Syror och baser i produktionen av mellan- och slutprodukter Kvalitetskontroll av finkemikalier
Metallindustri	Voltammetri Titration Titration Voltammetri	Metalljoner i salter och högre kemikalier Bestämning av CN^- och alkalinitet i processvatten i stålindustrin Analyser i malmutvinning och metallproduktion Kadmium, tallium och andra metalljoner i zink elektroutvinningslösningar
Elektronisk industri	Titration Titration	Syrablandningar i elektronisk industri H_3BO_3 i bad för ytbehandling vid tillverkning av TFT-skärmar
Livsmedels- och dryckesindustrin	Titration Titration	Klorid i pulversoppor Total aciditet i fruktjuicer och koncentrat
Läkemedelsindustri	Titration Titration	Kvalitetskontroll av alkaliska och sura produkter Multipla analysparametrar i aktiva ingredienser

(VA) och cyklisk voltammetrisk stripping (CVS). Det öppnar upp för flera viktiga analyser

och processkontroller. Där voltammetri används för klassiska spårämnesanalyser, medger CVS provbestämningar av organiska additiver i ytbehandlingsbad. ProcessLab som är konfigurerat för VA/CVS-analyser har en inbyggd potentiostat/galvanostat. En enkel och kompakt konstruktion. Analyssekvenserna startas med bara ett knapptryck, något som garanterar i princip felfri skötsel av systemet. Se Bild 4.

Det modulära systemet kan användas för ett flertal analyser i den tillverkande industrin. Tabellen visar på några typiska applikationer.

Ökad efterfrågan

Efterfrågan på processanalyser och processkontroller ökar i takt med att dokumentationskraven för den tillverkande industrin ökar. Moderna analysystem, som är anpassade och utformade för att möta de analytiska förutsättningarna som råder i hårda omgivningsmiljöer, öppnar upp för en ny struktur som är effektiv, när det gäller både applikationsbredd och ekonomi. De modulära systemens uppbyggnad i sig, gör dem lämpliga för ett flertal analyser och medger en enkel anpassning till nya analysvillkor som eventuellt kommer att gälla.

Text; Frank Portala, Nils Geil och Alfred Steinbach, Metrohm AG, Herisau, Schweiz

Översättning; Mats Sandström, Metrohm Nordic AB

Referenser

- [1] Koch K.H., Process analytical Chemistry: control, optimization, quality, economy, Springer Verlag, Berlin, 239 pages (2008).
- [2] F. Portala, A. Steinbach, F. Müller, M. Feige and G. Kirner, Metals in dip coating baths, Process Worldwide, 2007(4), 30-31.
- [3] Using ProcessLab for monitoring a phosphatizing process, Metrohm Information, 36 (2), 2007, 17-19.
- [4] Determination of cyanide in process water of the steel industry, Metrohm Information, 37(1), 2008, 26-30.
- [5] Metrohm Application Bulletins AB-288, AB-289, AB-292, AB-295 and AB-300 <http://products.metrohm.com>

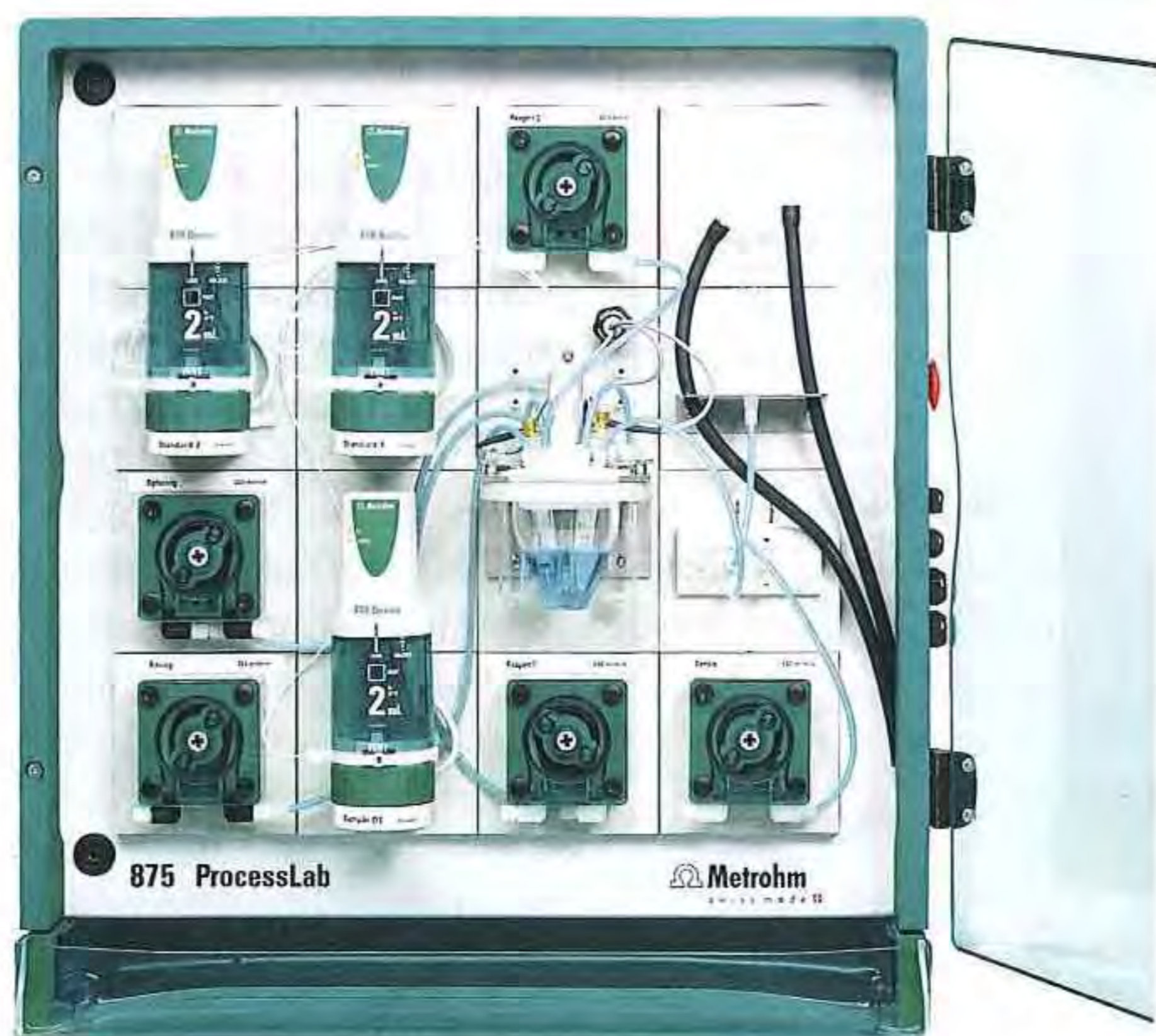


Bild 4. ProcessLab VA/CVS konfigurerat för klassiska spårämnesanalyser och för bestämning av organiska additiver i ytbehandlingsbad.