

Weryfikacja kalibracji w analizatorach krzemionki: zapewnianie wysokiej jakości wody w obiegu parowym

Wprowadzenie

Jednoczesne stosowanie analizatora krzemionki Hach 5500 sc [0,5–5000 µg/l SiO₂] i metody laboratoryjnej 8282 do oznaczania krzemionki w ultraniskim zakresie [3–1000 µg/l SiO₂] pozwala uzyskać najdokładniejsze i najbardziej wiarygodne wyniki w monitoringu stężenia krzemionki. Analizę zgodnie z metodą 8282 można przeprowadzić przy użyciu spektrofotometru DR3900, który umożliwi pomiary również szeregu innych parametrów. 5500 sc to autonomiczny, samokalibrujący się analizator gotowy do użycia bezpośrednio po uruchomieniu, wykorzystujący wysokiej jakości odczynniki. Kalibrację i walidację analizatora 5500sc można ponadto wykonywać przy użyciu zewnętrznych wzorców zweryfikowanych za pomocą spektrofotometru DR3900 i wprowadzanych za pomocą funkcji „Wprowadzanie próbki reprezentatywnej”. Dostawa odczynników do poszczególnych analiz z jednego źródła to istotny warunek zapewnienia jakości.

Podstawowe informacje

Zarówno analizator krzemionki 5500 sc, jak i metoda spektrofotometryczna z użyciem DR3900, wykorzystują czuły błękit heteropolowy do pomiarów niskich stężeń krzemionki w obiegach parowych o wysokiej czystości. Obecne w próbce jony krzemionkowe i fosforanowe reagują najpierw z jonem molibdenianowym, wskutek czego powstają kompleksy kwasu fosfomolibdenowego i krzemomolibdenowego. Te pierwsze ulegają następnie rozpadowi pod wpływem dodawanego kwasu cytrynowego. Wreszcie pozostałe w próbce kompleksy kwasu krzemomolibdenowego ulegają redukcji przez kwas aminonaftolosulfonowy, w wyniku czego powstaje kwas heteropolowy o błękitnym zabarwieniu. Intensywność błękitu jest proporcjonalna do stężenia krzemionki w pierwotnej próbce. Na potrzeby analizy oba aparaty – zarówno 5500 sc, jak i DR3900 – używają takich samych odczynników.

Obydwa przyrządy korzystają także z wprowadzonej fabrycznie krzywej kalibracyjnej. Konieczne jest jednak okresowa weryfikacja kalibracji. W procesie regularnego użytkowania urządzenia jego dokładność może ulec zmniejszeniu. Pomimo, że tego typu problemy rozwiązuje się poprzez regularną konserwację, dokładność należy okresowo weryfikować w czasie między procedurami wykonywania czynności konserwacyjnych.

5500 sc

Odczynnik 1, krzemionka – 6774802

Odczynnik 2, krzemionka – 6774902

Odczynnik 3, krzemionka – 6775202

Saszetka z odczynnikiem 3, krzemionka – 6775355

Roztwór wzorcowy krzemionki – 6775002

Zestaw odczynników do oznaczeń krzemionki – 6783600

DR3900

Odczynnik molibdenianu 3 – 199532

Odczynnik, kwas cytrynowy – 2254232

Rozpuszczalnik dla aminokwasu F – 2353011

Saszetka z odczynnikiem aminokwasu F – 2651155

Roztwory wzorcowe krzemionki – 2100817

Zestaw odczynników do oznaczeń krzemionki – 2553500

Analizator krzemionki 5500 sc



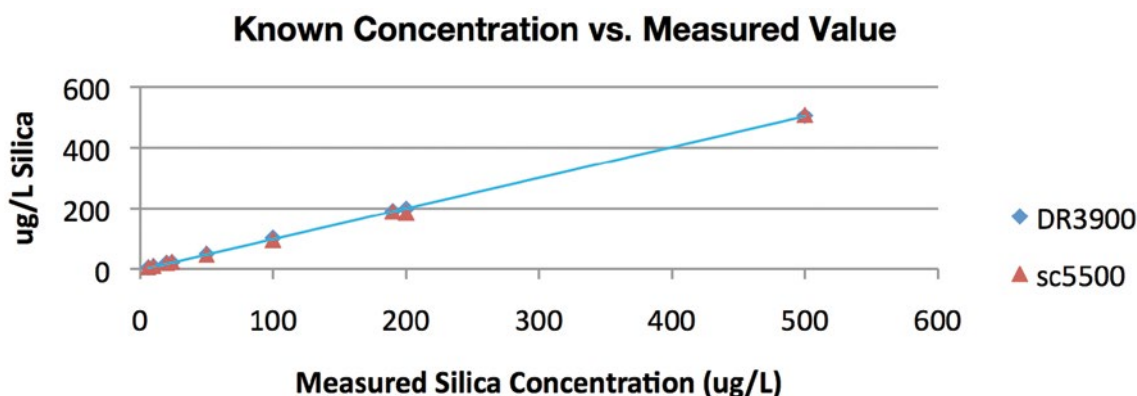
Spektrofotometr DR3900



Be Right™

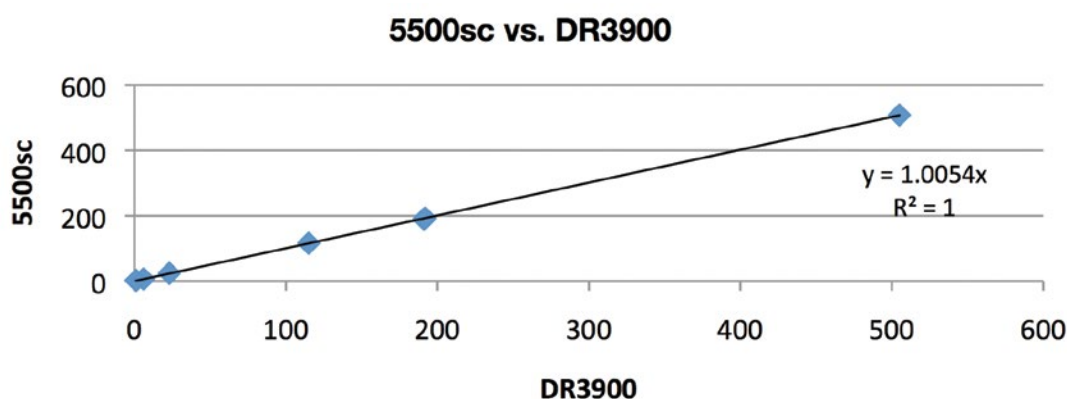
Weryfikacja kalibracji

Weryfikację kalibracji wykonuje się poprzez analizę z użyciem wzorca o znanym stężeniu lub analizę pojedynczej próbki za pomocą różnych urządzeń. Obie te czynności można łatwo wykonać z użyciem modeli 5500 sc i DR3900. Znane wzorce można poddać analizie w analizatorze 5500 sc dzięki funkcji „Wprowadzanie próbki reprezentatywnej”. Wyniki pomiarowe dla oznaczeń wykonanych na wzorcach charakteryzują się wysoką dokładnością i zgodnością (patrz Rys. 1). Brak korelacji tych wyników oznacza, że jeden z pomiarów jest nieprawidłowy. Źródło nieprawidłowości musi zostać zidentyfikowane i usunięte. Przy rozwiązywaniu problemów należy postępować zgodnie z procedurą opisaną w instrukcji obsługi urządzenia.



Rys. 1 – Weryfikacja z użyciem wzorca o znanym stężeniu

Próbki procesowe można weryfikować za pomocą analizatora 5500 sc z użyciem funkcji „Wyprowadzanie próbki reprezentatywnej”. Analizę znanych wzorców i reprezentatywnych próbek procesowych można przeprowadzić w ramach procedury laboratoryjnej na spektrofotometrze DR3900. Porównanie wyników pomiarów ze znanymi wzorcami lub między urządzeniami pozwoli zidentyfikować problemy do rozwiązania w czasie konserwacji lub niedociągnięcia procesu analitycznego. Pomiary wzorców i próbek wykonywane na poszczególnych urządzeniach powinny być ze sobą idealnie zgodne (patrz Rys. 2). Brak korelacji oznacza, że jeden z pomiarów jest nieprawidłowy. Źródło błędów musi zostać zidentyfikowane i usunięte. Przy rozwiązywaniu problemów należy postępować zgodnie z procedurą opisaną w instrukcji obsługi urządzenia.



Rys. 2 – Weryfikacja pomiarów między urządzeniami

Procedura

5500 sc – weryfikacja z użyciem wzorców o znanym stężeniu:

- Przejdź do menu „Próbka reprezentatywna” z poziomu ekranu głównego analizatora 5500 sc.
 - Wybierz „Wprowadzanie próbki reprezentatywnej”.
 - Postępuj według instrukcji widocznych na ekranie.
- Wymij lejek próbki z analizatora i przepłucz roztworem wzorca (patrz Rys. 3).
- Z powrotem zamontuj lejek.
- Po wyświetleniu się stosownego komunikatu napełnij lejek wzorcem o objętości 250–500 ml.
- Na ekranie analizatora wyświetli się zmierzona wartość.
- Wyniki uzyskane dla próbki reprezentatywnej są zapisywane w dzienniku zdarzeń.

DR3900 – weryfikacja z użyciem wzorców o znanym stężeniu:

- Postępuj zgodnie z opisaną procedurą dla próbki reprezentatywnej.
- Na ekranie spektrofotometru wyświetli się zmierzona wartość.
- Wyniki dla próbki są zapisywane w dzienniku danych.

5500 sc – weryfikacja próbki procesowej:

- Przejdź do menu „Próbka reprezentatywna” z poziomu ekranu głównego analizatora 5500sc.
 - Wybierz „Wyprowadzanie próbki reprezentatywnej”.
 - Postępuj według instrukcji widocznych na ekranie.
- Otwórz dolną komorę analizatora.
- Otwórz odpływ próbki reprezentatywnej, przekręcając zawór.
- Kilkakrotnie przepłucz pojemnik na próbkę.
- Wykonaj analizę próbki za pomocą spektrofotometrze DR3900.
- Na ekranie analizatora wyświetli się zmierzona wartość.
- Wyniki uzyskane dla próbki reprezentatywnej są zapisywane w dzienniku zdarzeń.

DR3900 – weryfikacja próbki procesowej:

- Postępuj zgodnie z opisaną procedurą dla próbki reprezentatywnej.
- Na ekranie spektrofotometru wyświetli się zmierzona wartość.
- Wyniki dotyczące próbki są zapisywane w dzienniku danych.



Rys. 3 – Lejek do wprowadzania próbki reprezentatywnej



Rys. 4 – Odpływ próbki reprezentatywnej