

# Verifizierung der Kieselsäure-Analysator-Kalibrierung: Vertrauen in die Wasserqualität im Wasser-Dampfkreislauf

## Einleitung

Der kombinierte Einsatz des Hach® 5500SC Kieselsäure-Analysators [0,5 - 5000 µg/L SiO<sub>2</sub>] und der Laboranalyse von Kieselsäure im Ultraniedrigbereich mit Methode 8282 [3 - 1000 µg/L SiO<sub>2</sub>] garantiert die genauesten und zuverlässigsten Ergebnisse für die Kieselsäureüberwachung. Mit dem Spektralphotometer DR3900 kann nicht nur Methode 8282 durchgeführt werden, sondern es lassen sich auch zahlreiche andere Parameter damit messen. Der Analysator 5500SC ist ein unabhängiges und selbstkalibrierendes System mit hochwertigen Reagenzien, bei dem alles aus einer Hand geliefert wird. Außerdem kann der 5500SC mit externen Standards kalibriert und validiert werden, die mit dem DR3900 verifiziert und über die Funktion „Probe einführen“ zugeführt wurden. Die Funktion „Probe entnehmen“ ermöglicht eine leichte Online-Verifizierung der Messung mit dem DR3900. Durch Beschaffung der Reagenzien aus einer Hand werden Schwankungen aufgrund der Reagenzienqualität vermieden.

## Hintergrund

Sowohl der Kieselsäure-Analysator 5500SC als auch die Kieselsäureanalyse im Ultraniedrigbereich mit dem DR3900 nutzen die empfindliche Heteropolyblau-Methode zur Messung geringer Kieselsäurekonzentrationen bei Anwendungen mit hochreinen Wasser-Dampfkreisläufen. Zunächst werden alle Kieselsäure- und Phosphationen in der Probe mit den Molybdationen zu Phosphormolybdänsäure- und Silicomolybdänsäure-Komplexen umgesetzt. Anschließend werden die Phosphormolybdänsäure-Komplexe durch Zugabe von Zitronensäure zerstört. Zum Schluss werden die verbleibenden Silicomolybdänsäure-Komplexe mit einer Aminonaphtholsulfonsäure zu einer blau gefärbten Heteropolysäure reduziert. Die Intensität der Blaufärbung ist der Kieselsäuremenge in der ursprünglichen Probe direkt proportional. Die jeweils bei dieser Analyse eingesetzten Reagenzien sind für den 5500SC und das DR3900 identisch.

Sowohl der 5500SC als auch das DR3900 besitzen eine integrierte Kalibrierkurve. Zur Sicherstellung der Genauigkeit der Kurven für das jeweilige spezielle Gerät ist es jedoch von entscheidender Bedeutung, dass diese Kalibrierungen regelmäßig verifiziert werden. Im Laufe der Zeit kann es durch normalen Verschleiß zu Abweichungen des Geräts kommen. Obwohl diese Probleme durch die reguläre Wartung behoben werden, wird die regelmäßige Verifizierung empfohlen, um eine gleichbleibende Genauigkeit im gesamten Wartungsintervall sicherzustellen.

### 5500SC

Reagenz 1 Kieselsäure –  
6774802

Reagenz 2 Kieselsäure –  
6774902

Reagenz 3 Kieselsäure –  
6775202

Reagenz 3 Kieselsäure, Pulver –  
6775355

Kieselsäure-Standard –  
6775002

Kieselsäure-Reagenziensatz –  
6783600

### DR3900

Molybdat 3 Reagenz –  
199532

Zitronensäure-Reagenz –  
2254232

Aminosäure F,  
Verdünnungsmittel – 2353011

Aminosäure F, Reagenzpulver –  
2651155

Kieselsäure-Standards –  
2100817

Kieselsäure-Reagenziensatz –  
2553500

Kieselsäure-Analysator  
5500SC



Spektralphotometer DR3900  
mit Sipper-Modul SIP10



Be Right™

## Verifizierung der Kalibrierung

Die Verifizierung der Kalibrierung kann durch Analyse eines bekannten Standards oder durch Analyse einer einzelnen Probe mit verschiedenen Geräten vorgenommen werden. Diese Techniken lassen sich jeweils mit dem 5500SC und DR3900 einfach durchführen. Bekannte Standards können auf dem 5500SC mit der Funktion „Probe einführen“ analysiert werden. Mit dem 5500SC und DR3900 gemessene bekannte Standards zeigen eine ausgezeichnete Genauigkeit und Übereinstimmung zwischen den Geräten (Abbildung 1). Wenn die gemessenen Werte nicht mit den bekannten Konzentrationen korrelieren, muss die Quelle dieser Ungenauigkeit identifiziert und korrigiert werden. Befolgen Sie die Anweisungen zur Fehlerbehebung im Benutzerhandbuch und bei der Verfahrensanleitung.

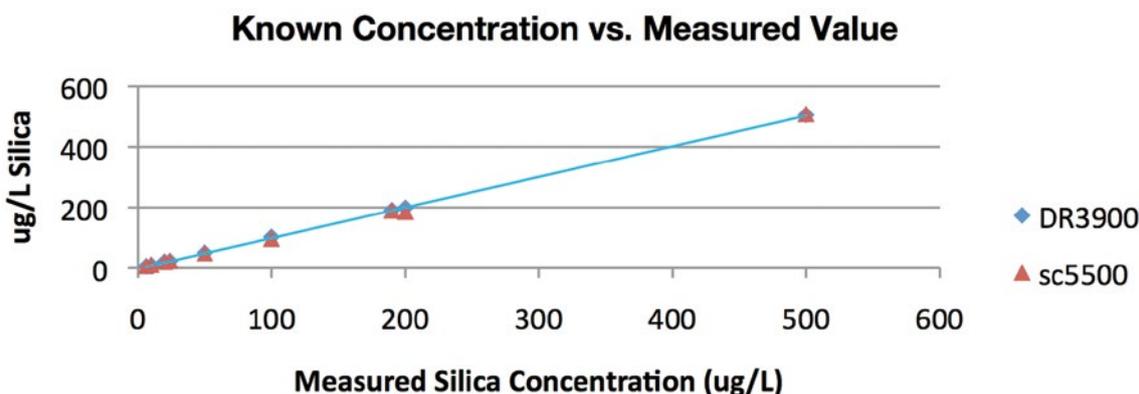


Abbildung 1 – Verifizierung eines bekannten Standards

Prozessproben können mit der Funktion „Probe entnehmen“ des 5500SC verifiziert werden. Mit dem Laborverfahren des DR3900 können sowohl bekannte Standards als auch Prozessstichproben analysiert werden. Durch den Vergleich von Messergebnissen mit bekannten Standards oder von verschiedenen Geräten lassen sich wartungsbedingte Probleme oder eine schlechte Analysentechnik aufzeigen. Die an dem jeweiligen Gerät gemessenen Standards und Proben zeigen eine hervorragende Übereinstimmung (Abbildung 2). Wenn die interinstrumentellen Messungen nicht korrelieren, muss die Quelle dieser Ungenauigkeit identifiziert und korrigiert werden. Befolgen Sie die Anweisungen zur Fehlerbehebung im Benutzerhandbuch und bei der Verfahrensanleitung.

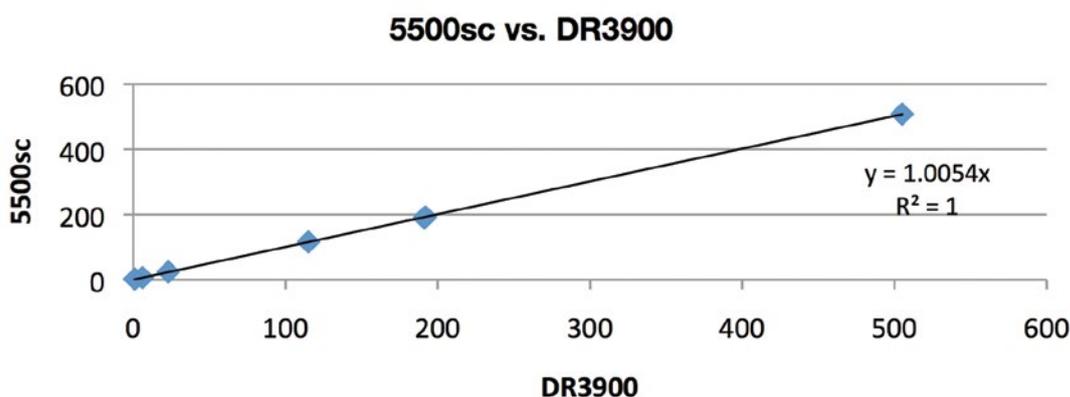


Abbildung 2 – Interinstrumentelle Verifizierung

## Verfahren

### Verifizierung eines bekannten Standards am 5500SC:

1. Wählen Sie auf dem Startbildschirm des 5500SC das Menü „Einzelmessung“ aus.
  - a. Wählen Sie „Probe einführen“.
  - b. Folgen Sie den Anweisungen auf dem Bildschirm.
2. Entnehmen Sie den Probentrichter aus dem Analysator und spülen Sie mit dem Standard (Abbildung 3).
3. Setzen Sie den Trichter wieder ein.
4. Gießen Sie nach Aufforderung durch den Analysator 250 bis 500 mL Standard in den Trichter.
5. Der gemessene Wert wird auf dem Bildschirm des Analysators angezeigt.
6. Die Probenmessergebnisse werden im Daten-Ereignisprotokoll gespeichert.

### Verifizierung eines bekannten Standards am DR3900:

1. Folgen Sie dem beschriebenen Verfahren mit der Einzelmessung.
2. Der gemessene Wert wird auf dem Bildschirm des Spektralphotometers angezeigt.
3. Die Ergebnisse der Probe werden im Daten-Ereignisprotokoll gespeichert.

### Verifizierung einer Prozessprobe am 5500SC:

1. Wählen Sie auf dem Startbildschirm des 5500SC das Menü „Einzelmessung“ aus.
  - a. Wählen Sie „Probe entnehmen“.
  - b. Folgen Sie den Anweisungen auf dem Bildschirm.
2. Öffnen Sie das untere Fach des Analysators.
3. Öffnen Sie die Probenauslassleitung durch Öffnen des Ventils.
4. Spülen Sie den Probenbehälter mehrmals.
5. Verwenden Sie die Probe für die Analyse am DR3900.
6. Der gemessene Wert wird auf dem Bildschirm des Analysators angezeigt.
7. Die Probenmessergebnisse werden im Daten-Ereignisprotokoll gespeichert.

### Verifizierung einer Prozessprobe am DR3900:

1. Folgen Sie dem beschriebenen Verfahren mit der Einzelmessung.
2. Der gemessene Wert wird auf dem Bildschirm des Spektralphotometers angezeigt.
3. Die Probenmessergebnisse werden im Daten-Ereignisprotokoll gespeichert.



Abbildung 3 – Probentrichter



Abbildung 4 – Probenahme im 5500SC