

# Ověření kalibrace analyzátoru křemíku: důvěřujte kvalitě vody v parním cyklu

## Úvod

Společné použití analyzátoru křemíku Hach® 5500sc [0,5–5 000 µg/L SiO<sub>2</sub>] a laboratorní analýzy ultra nízkého rozsahu oxidu křemičitého [3–1 000 µg/L SiO<sub>2</sub>] metodou 8282 zajišťuje nejpresnější a nejspolehlivější výsledky monitorování oxidu křemičitého. K analýze metodou 8282 lze použít spektrofotometr DR3900, stejně jako k měření řady dalších parametrů. Analyzátor 5500sc je nezávislý systém s vlastní kalibrací, připravený od prvního spuštění s kvalitními činidly, která jsou dodávána od jediného dodavatele. Kromě toho může být analyzátor 5500sc kalibrován a validován pomocí externích standardů ověřených spektrofotometrem DR3900 a zavedených pomocí funkce „nasátí ručního vzorku“. Funkce „odpuštění ručního vzorku“ umožňuje snadné ověření online měření pomocí spektrofotometru DR3900. Jediný dodavatel činidel pro každou analýzu eliminuje variabilitu způsobenou různou kvalitou činidel.

## Výchozí situace

Jak analyzátor křemíku 5500sc, tak metoda pro stanovení ultra nízké koncentrace oxidu křemičitého na spektrofotometru DR3900 využívají k měření nízkých koncentrací oxidu křemičitého pro aplikace v parním cyklu s vysoce čistou vodou citlivou metodu heteropolymerové modři. Nejprve oxid křemičitý a fosforečnanové ionty ve vzorku reagují s molybdenanovými ionty a vytvářejí komplexy kyseliny fosfomolybdenové a silikomolybdenové. Komplexy kyseliny fosfomolybdenové jsou poté zničeny přidáním kyseliny citronové. Na závěr jsou zbývající komplexy kyseliny silikomolybdenové redukovány pomocí aminonaftolsulfonové kyseliny za vzniku modře zbarvené kyseliny heteropolymerové. Intenzita její modré barvy je přímo úměrná koncentraci oxidu křemičitého v původním vzorku. Každé činidlo použité při této analýze je identické pro přístroj 5500sc i DR3900.

Oba přístroje 5500sc i DR3900 mají integrovanou kalibrační křivku. Kalibraci je však velmi důležité pravidelně ověřovat, aby bylo zajištěno, že křivky jsou pro každý konkrétní přístroj přesné. Odezva přístroje se může běžným opotřebením časem měnit, což lze vyřešit pravidelnou údržbou. I přesto se doporučuje provádět ověření pravidelně, aby byla během celého intervalu údržby zajištěna požadovaná přesnost.

### 5500sc

Činidlo 1, pro stanovení oxidu křemičitého – 6774802

Činidlo 2, pro stanovení oxidu křemičitého – 6774902

Činidlo 3, pro stanovení oxidu křemičitého – 6775202

Činidlo 3, prášek, pro stanovení oxidu křemičitého – 6775355

Standard, oxid křemičitý – 6775002

Souprava činidel, pro stanovení oxidu křemičitého – 6783600

### DR3900

Činidlo 3, molybdenan – 199532

Činidlo, kyselina citronová – 2254232

Ředící rozpouštědlo, pro aminokyselinu F – 2353011

Činidlo, prášková aminokyselina F – 2651155

Standard, oxid křemičitý – 2100817

Souprava činidel, pro stanovení oxidu křemičitého – 2553500

Analyzátor křemíku 5500 sc



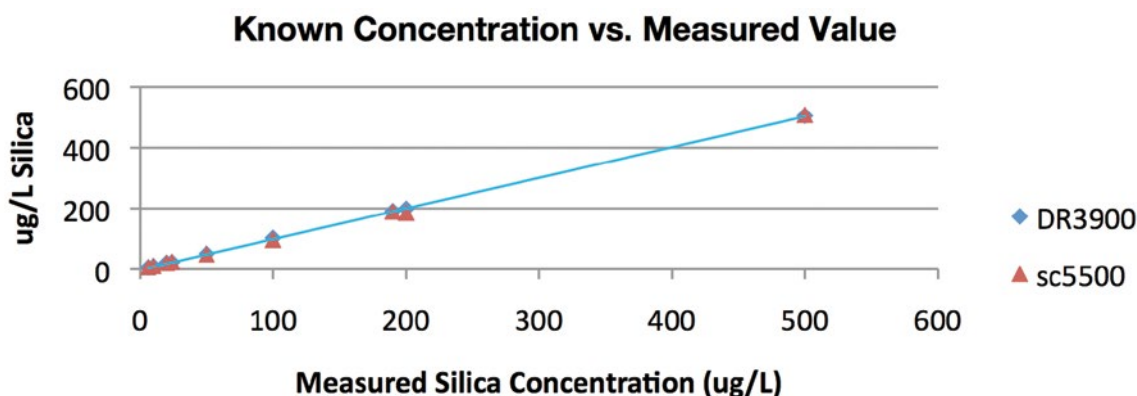
Spektrofotometr DR3900



Be Right™

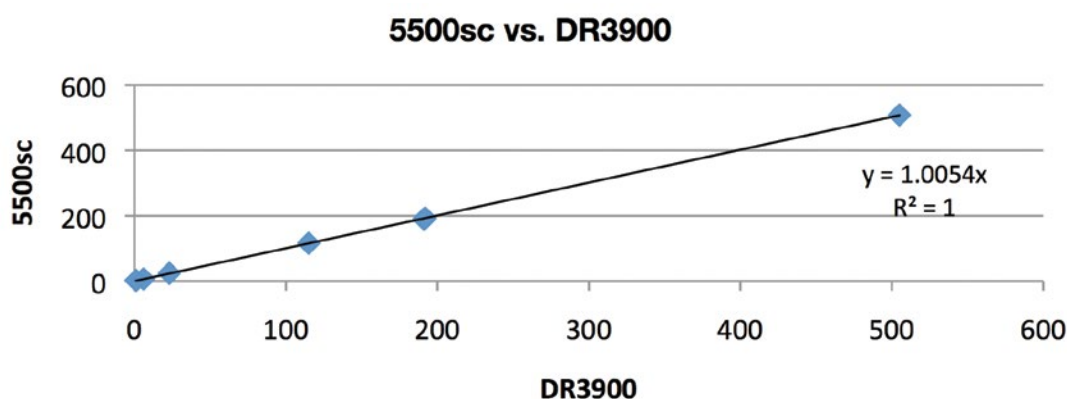
### Ověření kalibrace

Ověření kalibrace lze provádět analyzováním standardu o známé koncentraci, nebo analyzováním jediného vzorku pomocí různých přístrojů. Každou z těchto technik lze snadno provádět pomocí 5500sc a DR3900. Standardy o známé koncentraci lze na analyzátoru 5500sc analyzovat pomocí funkce „nasátí ručního vzorku“. Standardy měřené přístroji 5500sc a DR3900 vykazují vynikající přesnost a shodu mezi přístroji (Obr. 1). Pokud naměřené výsledky nekorelují se známými koncentracemi, je měření nepřesné. Zdroj této nepřesnosti je nutné identifikovat a napravit. Postupujte podle pokynů pro řešení problémů v návodu k obsluze pro přístroj a proceduru.



Obr. 1 - Ověření standardem o známé koncentraci

Procesní vzorky lze ověřit pomocí funkce „odpuštění ručního vzorku“ analyzátoru 5500sc. Standardy o známé koncentraci a procesní ruční vzorky lze v obou případech analyzovat laboratorním postupem s pomocí spektrofotometru DR3900. Porovnání naměřených výsledků proti standardům o známé koncentraci nebo mezi přístroji bude indikovat problémy spojené s údržbou nebo špatnou technikou analýzy. Standardy a vzorky změřené na každém z přístrojů ukazují vynikající shodu (Obr. 2). Pokud měření mezi přístroji nekoreluje, jedno z měření je nepřesné. Zdroj této nepřesnosti je nutné identifikovat a napravit. Postupujte podle pokynů pro řešení problémů v návodu k obsluze pro přístroj a proceduru.



Obr. 2 - Ověření mezi přístroji

## Postup

### Ověření 5500sc standardem o známé koncentraci:

- Otevřete nabídku „ruční vzorek“ z domovské obrazovky analyzátoru 5500sc.
  - Zvolte možnost „nasátí ručního vzorku“.
  - Postupujte podle pokynů na obrazovce.
- Vyjměte z analyzátoru nálevku na vzorek a vypláchněte ji standardem (Obr. 3).
- Nálevku znovu nainstalujte.
- Po výzvě analyzátořem nalijte 250-500 mL standardu do nálevky.
- Na obrazovce analyzátoru se zobrazí naměřená hodnota.
- Výsledky měření „ručního vzorku“ se ukládají do protokolu událostí.

### Ověření DR3900 standardem o známé koncentraci:

- Postupujte podle písemného postupu s použitím standardu.
- Na obrazovce spektrofotometru se zobrazí naměřená hodnota.
- Výsledky měření se ukládají do protokolu dat.

### Ověření 5500sc procesním vzorkem:

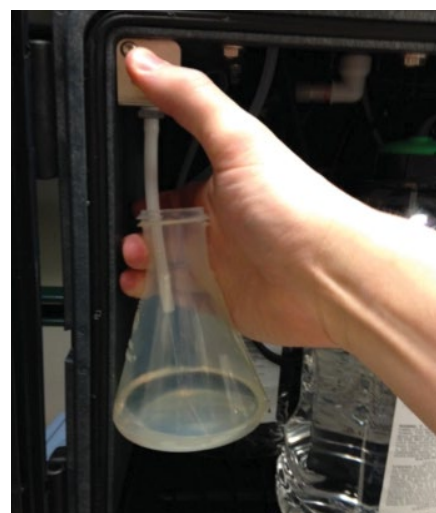
- Otevřete nabídku „ruční vzorek“ z domovské obrazovky analyzátoru 5500sc.
  - Zvolte možnost „odpuštění ručního vzorku“.
  - Postupujte podle pokynů na obrazovce.
- Otevřete spodní část analyzátoru.
- Otevřete hadičku pro odpuštění ručního vzorku přepnutím ventilu do otevřené polohy.
- Nádobu na vzorek několikrát vypláchněte.
- Vzorek použijte k analýze na spektrofotometru DR3900.
- Na obrazovce analyzátoru se zobrazí naměřená hodnota.
- Výsledky měření „ručního vzorku“ se ukládají do protokolu událostí.

### Ověření DR3900 procesním vzorkem:

- Postupujte podle písemného postupu s použitím ručního vzorku.
- Na obrazovce spektrofotometru se zobrazí naměřená hodnota.
- Výsledky měření se ukládají do protokolu dat.



Obr. 3 – Nálevka pro ruční vzorek



Obr. 4 – Odpuštění ručního vzorku