

Kalibrierung der 8362 sc pH-Elektrode für hochreines Wasser

Einleitung

Die Kalibrierung von online pH-Elektroden in Wässern mit geringer Leitfähigkeit kann äußerst zeit- und aufwendig sein. Beim Wechsel von der hohen Ionenstärke des Kalibrierpuffers zurück zur geringen Ionenstärke des Prozesswassers kann die Äquilibrierung Stunden in Anspruch nehmen. Um diese Verzögerung zu vermeiden, empfiehlt die Norm ASTM D5128 die Routinekalibrierung mit einer Stichprobe und einer standardisierten Laborelektrode. Mit dem tragbaren Hach® HQD-Messgerät und der Intellical PHC281 Elektrode für geringe Ionenstärke kann die Hach 8362 sc pH-Prozesselektrode schnell kalibriert werden. Dieser Anwendungsbericht beschreibt die Durchführung einer solchen Routinekalibrierung.

Hintergrund

Der pH-Wert ist ein entscheidender Indikator für die Qualität des für Wasser-Dampfkreisläufe erzeugten Wassers mit hohem Reinheitsgrad und geringer Ionenstärke. Mithilfe einer präzisen Online-Messung des pH-Werts können Stromerzeuger die Effektivität ihrer Wasserbehandlung hinsichtlich des pH-Werts überwachen. Mit dem 8362 sc pH-System für hochreines Wasser soll das zuverlässigste und präziseste System zur Überwachung des pH-Werts bei diesen gering leitfähigen Matrizen bereitgestellt werden. Die Durchflusskammer und die Edelstahlbauweise minimieren Störeinflüsse durch das Strömungspotential. Die Gelelektrolyt-Referenzelektrode minimiert Fehler durch Elektrolyt-Kontamination. Der hochwertige Temperaturfühler sowie gespeicherte Temperaturkorrekturkurven sorgen für eine Kalibrierung in höchster Präzision¹

Die Kalibrierung der pH-Elektroden zu Beginn und im weiteren Verlauf ist für präzise Messungen unerlässlich. Die Kalibrierungen werden mit Pufferlösungen von bekannter Konzentration durchgeführt. Diese Puffer haben eine viel höhere Ionenstärke als das hochreine Wasser in Wasser-Dampfkreisläufen. Aufgrund dieses beträchtlichen Unterschieds in der Ionenstärke ist die Kalibrierung von Elektroden in Wässern mit geringer Ionenstärke zeitaufwendig.



Abbildung 1 – 8362 sc pH-Panel

Für die Kalibrierung muss die Elektrode mit der hohen Ionenstärke der Puffer und anschließend wieder mit der geringen Ionenstärke des Prozesswassers äquilibrieren. Für den letzteren Vorgang empfiehlt die Norm ASTM D5128 eine Äquilibrierungszeit von 3 bis 4 Stunden. Bei der Eingangskalibrierung ist diese Verzögerung nicht zu vermeiden. Die fortlaufende Kalibrierung lässt sich jedoch mit Stichproben gemäß ASTM D5464 erheblich beschleunigen.

¹ Bereits geladene Matrixkorrekturen gemäß Empfehlung durch ASTM D5128 und VGB-S-006-00-2012-09-EN. Nur mit dem 9500/SC200 Ultrapure Controller erhältlich.

Stichproben-Kalibrierung

Nach der Eingangskalibrierung und -äquilibrierung der 8362 sc Prozesselektrode kann die Prozesskalibrierung mit einer Stichprobe und einer Standard – Laborelektrode durchgeführt werden. Der pH-Wert der Stichprobe wird mit der Laborelektrode gemessen. Der Messwert wird mit dem Ergebnis der pH-Messung mit der Prozesselektrode verglichen. Bei unterschiedlichen Ergebnissen wird die Kalibrierung der Prozesselektrode so angepasst, dass die pH-Werte übereinstimmen. Die Steigung der ursprünglichen Kalibrierung wird nicht verändert, sondern lediglich der Nullpunkt wird verschoben. Diese standardisierte Labormessung und -kalibrierung kann problemlos am 8362 sc pH-Panel mit einem tragbaren HQD-Messgerät und der Intellical PHC281 Elektrode für geringe Ionenstärke durchgeführt werden (Abbildung 3).

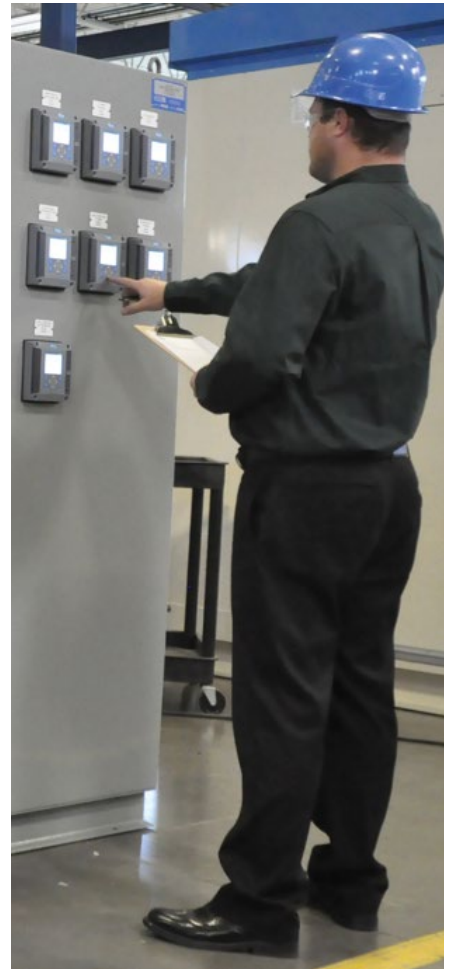


Abbildung 2 – Einstellungen an Controllern

Um zu gewährleisten, dass die Stichprobe repräsentativ ist und die Prozessmessung nicht beeinflusst wird, ist eine Reihe von Vorkehrungen zu treffen.

Vorkehrungen bei der Stichprobenprüfung

- pH-Messungen in Wässern mit geringer Ionenstärke sind höchst temperaturempfindlich. Stichprobe und Prozessprobe müssen dieselbe Temperatur haben. Die Stichprobenleitung muss möglichst kurz sein, um Temperaturabweichungen gering zu halten.
- Da bei schwankender Durchflussrate in der Durchflusszelle die pH-Messung beeinflusst wird, ist es von entscheidender Bedeutung, dass die Stichprobe diesen Durchfluss nicht stört. In der Regel wird dies erreicht, indem die Stichprobenleitung zum Probenablauf hin immer offen bleibt. Eine Stichprobenleitung ist an den Zulauf der 8362 sc Durchflusszelle anzuschließen.
- Wenn sich Kohlendioxid aus der Luft in der Stichprobe löst, ändert sich der pH-Wert der Probe. Kohlendioxid reagiert mit Wasser unter Bildung von Kohlensäure, und dadurch sinkt der pH-Wert der Probe. Um diesen Störfaktor zu eliminieren, wird die Stichprobenleitung zum Boden eines großen Bechers geführt, der ständig in den Ablauf überläuft. Die Messung erfolgt am Boden des Bechers. Dadurch ist gewährleistet, dass in der Messumgebung keine Kontamination durch Kohlendioxid vorliegt.
- Die Laborelektrode muss mit der geringen Ionenstärke und der Temperatur der Stichprobe äquilibrieren, bevor eine Messung erfolgen kann. Führen Sie die erste Messung deshalb erst nach einer Äquilibrierungszeit von 15 Minuten durch.
- Die HQD-Messgeräte sind mit der Nernst-Temperaturkompensation ausgestattet. Bei dem 8362 sc muss bei der Kalibration ebenfalls der Modus für die Nernst-Temperaturkompensation eingestellt sein.

Vorgehensweise bei der Prozesskalibrierung

1. Nehmen Sie eine Probe aus einer Entnahmestelle dicht am 8362 sc.
2. Füllen Sie die Probe über eine bis zum Becherboden reichende saubere Leitung vom Boden her in einen großen (500 mL) Becher. (Achten Sie darauf, dass der Abstand zwischen Probenahme und Becher und damit auch die Leitung so kurz wie möglich ist.)
3. Lassen Sie den Becher überlaufen.
4. Bringen Sie die zuvor kalibrierte PHC281 Elektrode vom tragbaren HQD-Messgerät in den Becher ein.
5. Lassen Sie den Becher mindestens 15 Minuten lang überlaufen, bevor Sie eine Messung durchführen.
6. Vergleichen Sie den Messwert auf dem HQD-Messgerät mit dem Messwert auf dem 8362 sc Controller. Führen Sie bei unterschiedlichen Werten eine Einpunkt-Kalibrierung sowie die entsprechende Nullpunktkorrektur mit dem Controller durch, um eine Übereinstimmung mit der standardisierten Labormessung zu erhalten.

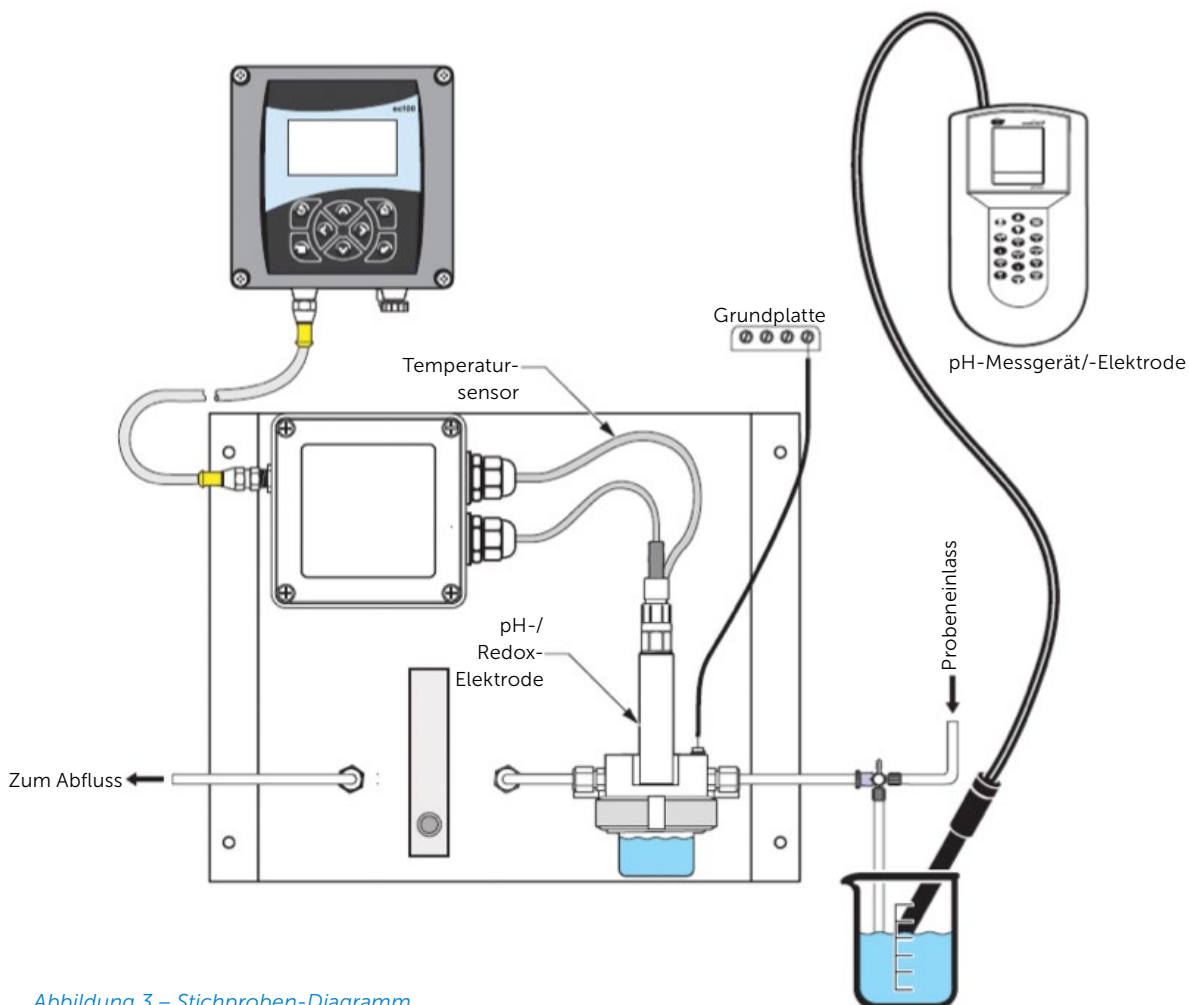


Abbildung 3 – Stichproben-Diagramm