

Kalibracja elektrody pH 8362 sc do wody o wysokiej czystości

Wprowadzenie

Kalibracja pracujących w trybie online sond pH przeznaczonych do próbek o niskim przewodnictwie może być niezwykle czasochłonna. Po kontakcie z buforem kalibracyjnym o wysokiej sile jonowej powtórne przystosowanie się sondy do wody procesowej o niskiej sile jonowej może trwać wiele godzin. Aby tego uniknąć, zgodnie ze standardową metodą testową ASTM D5128, zaleca się wykonywanie rutynowej kalibracji za pomocą próbki reprezentatywnej oraz ustandaryzowanej elektrody laboratoryjnej. Oferowany przez firmę Hach® przenośny miernik HQD oraz elektroda Intellical PHC281 do pomiarów w roztworach o niskiej sile jonowej mogą być używane do szybkiego kalibrowania elektrody procesowej 8362 sc pH. Niniejszy raport aplikacyjny opisuje, jak przeprowadzić tę rutynową kalibrację.

Informacje podstawowe

Wartość pH jest ważnym wyznacznikiem jakości wody o niskiej sile jonowej wytwarzanej w obiegu parowym. Dokładne pomiary wartości pH wykonywane w trybie online pozwalają na monitorowanie skuteczności metod regulacji pH. Panel 8362 sc do aplikacji z wodą o wysokiej czystości został zaprojektowany tak, aby zapewnić najbardziej wiarygodny i dokładny system monitorowania pH w środowiskach o niskiej przewodności. Komora przepływowa oraz konstrukcja ze stali nierdzewnej minimalizują zakłócenia spowodowane potencjałem strumieniowym. Żelowa elektroda referencyjna z elektrolitem pod ciśnieniem zmniejsza ryzyko jego zanieczyszczenia. Sonda temperatury wysokiej jakości oraz siedem wstępnie zaprogramowanych krzywych kalibracyjnych z kompensacją temperatury otoczenia zapewniają najwyższą dokładność pomiarów w tych wrażliwych na temperaturę środowiskach.¹

Do otrzymywania dokładnych pomiarów niezbędna jest początkowa i bieżąca kalibracja elektrod pH. Kalibrację przeprowadza się za pomocą roztworów buforowych o znanym stężeniu. Bufory te charakteryzują się o wiele wyższą siłą jonową niż woda o wysokiej czystości w obiegu parowym. Ta znacząca różnica w sile jonowej sprawia, że kalibracja elektrody do pomiarów wody o niskiej sile jonowej jest czasochłonna. Elektrode należy najpierw poddać procesowi zrównoważenia w buforze o wysokiej sile jonowej, a następnie w wodzie procesowej o niskiej



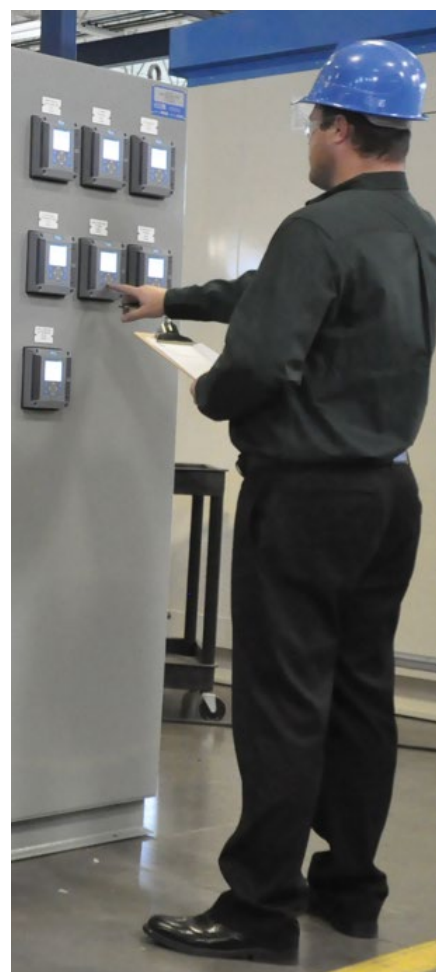
Rysunek 1 – Panel pomiarowy 8362 sc pH

sile jonowej. Według metody ASTM D5128 zaleca się wykonanie ponownej ekwilibracji elektrody przez 3–4 godziny po ekspozycji w buforze. Choć nie da się ominąć tego opóźnienia w przypadku przeprowadzania kalibracji wstępnej, to dzięki stosowaniu metody ASTM D5464 kolejne kalibracje można przeprowadzać o wiele szybciej za pomocą próbki reprezentatywnej.

¹ Wstępnie zaprogramowane matryce rekomendowane w metodzie testowej ASTM D5128 oraz normie VGB-S-006-00-2012-09-EN. Dostępne tylko z przetwornikiem 9500/sc200 Ultrapure.

Kalibracja próbki reprezentatywnej

Po wykonaniu kalibracji wstępnej oraz zrównoważeniu elektrody procesowej 8362 sc można dokonywać kalibracji bieżących na próbce reprezentatywnej oraz ustandaryzowanej elektrody laboratoryjnej. Wartość pH próbki reprezentatywnej mierzona jest przy pomocy elektrody laboratoryjnej. Wartość porównywana jest z pomiarem pH z elektrody procesowej. W razie wystąpienia różnicy kalibrację elektrody procesowej dostosowuje się w taki sposób, aby wartości pH się zgadzały. Początkowe nachylenie krzywej kalibracji nie ulega zmianie, a zmienia się jedynie przesunięcie wartości zerowej. Ta ustandaryzowana kalibracja oraz pomiary laboratoryjne mogą być z łatwością przeprowadzone przy użyciu panelu 8362 sc i przenośnego miernika HQD z elektrodą Intellical PHC281 do pomiarów roztworów o niskiej sile jonowej (Rysunek 3).



Rysunek 2 – Kalibracja próbki reprezentatywnej

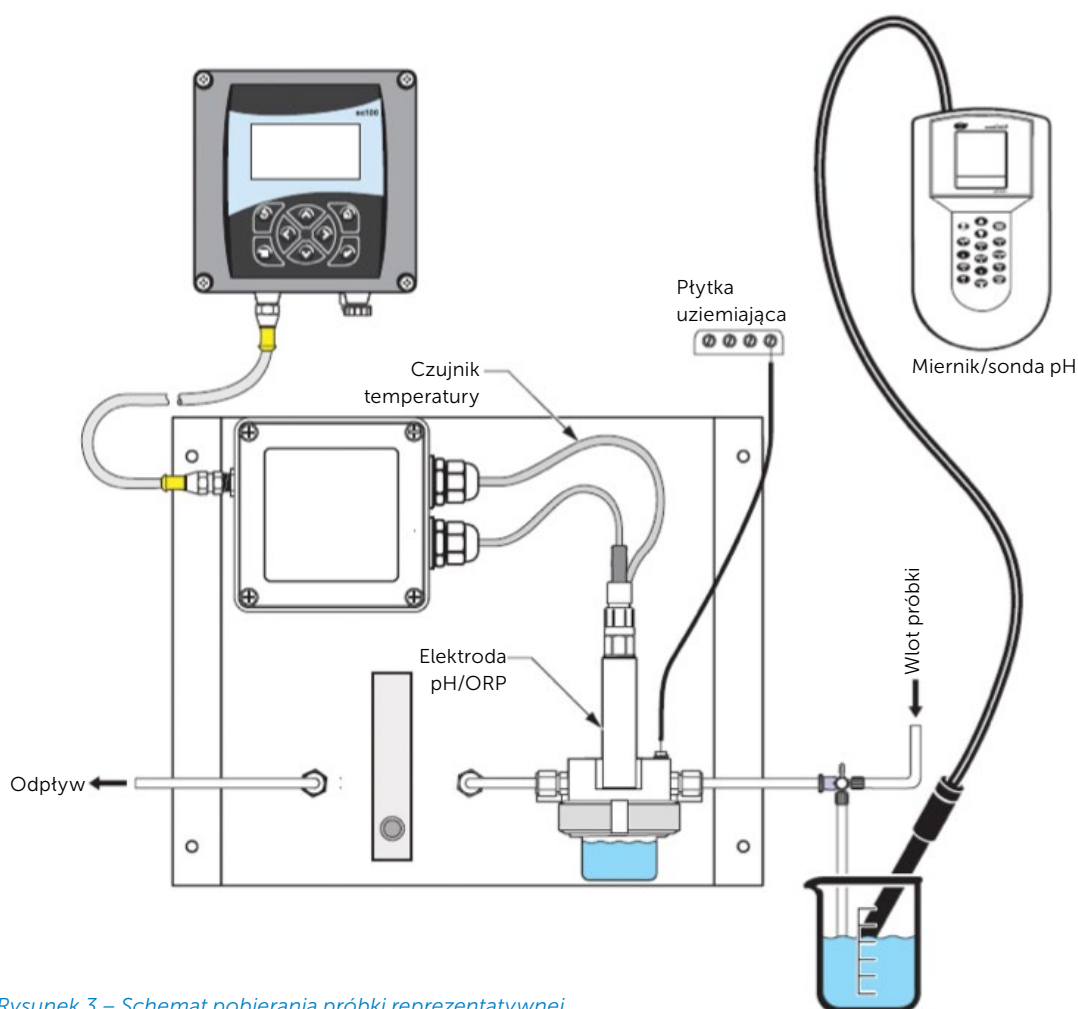
Należy podjąć szereg kroków, aby upewnić się, że badana próbka jest reprezentatywna oraz że pomiar procesowy nie jest zakłócony.

Środki ostrożności przy pobieraniu próbek

- Pomiary pH w środowiskach o niskiej sile jonowej są niezwykle wrażliwe na temperaturę. Próbka reprezentatywna musi mieć tę samą temperaturę co próbka procesowa. Aby zminimalizować różnice temperatur, przewód do pobierania próbek reprezentatywnych powinien być możliwie jak najkrótszy.
- Ponieważ wahania prędkości przepływu przez komorę procesową mają wpływ na pomiar pH, próbka reprezentatywna nie może zakłócać tego przepływu. Można zapobiec takim zakłóceniom dzięki pozostawieniu stale otwartego przewodu próbki skierowanego do odpływu. Przewód ten należy podłączyć do punktu poboru w komorze pomiarowej na panelu 8362 sc.
- Rozpuszczanie atmosferycznego dwutlenku węgla w próbce reprezentatywnej zmienia jej wartość pH. Dwutlenek węgla w reakcji z wodą tworzy kwas węglowy, który obniża pH. Aby uniknąć takiej interferencji, przewód próbki umieszcza się na dnie dużego pojemnika, którego zawartość ciągle przelewa się do odpływu. Pomiaru dokonuje się na dnie pojemnika, co zapewnia uniknięcie jakichkolwiek zanieczyszczeń dwutlenkiem węgla w środowisku pomiarowym.
- Przed pomiarem elektrodę laboratoryjną należy uprzednio zrównoważyć w roztworze o niskiej sile jonowej oraz o temperaturze równej temperaturze próbki reprezentatywnej. Elektrodę należy ekwilibrować przez 15 minut przed przystąpieniem do pomiaru.
- Miernik HQD programowany jest z kompensacją temperatury Nernsta. W celu uzyskania dokładnej kalibracji próbki reprezentatywnej sonda 8362 sc musi również zostać ustawiona w tryb kompensacji temperatury Nernsta.

Procedura kalibracji bieżącej

1. Pobierz próbkę strumienia bocznego z kranu znajdującego się jak najbliżej sondy 8362 sc.
2. Przez czysty przewód sięgający dna dużego pojemnika (500 ml) doprowadź próbkę na sam spód tego pojemnika. (Dopilnuj, aby długość przewodu między pojemnikiem a kranem była jak najmniejsza).
3. Pozwól, aby zawartość pojemnika zaczęła się przelewać.
4. Umieść w pojemniku uprzednio skalibrowaną elektrodę PHC281 podłączoną do przenośnego miernika HQD.
5. Przed odczytem pozwól, aby próbka przelewała się przez pojemnik przez co najmniej 15 minut.
6. Porównaj odczyt z miernika HQD z odczytem z przetwornika na panelu 8362 sc. Jeśli wartości się różnią, należy przeprowadzić kalibrację jednopunktową z poziomu przetwornika tak, aby otrzymana wartość była zgodna ze standardowym pomiarem laboratoryjnym.



Rysunek 3 – Schemat pobierania próbki reprezentatywnej