

Verifica della calibrazione dell'analizzatore di silice: massima affidabilità della qualità dell'acqua nel ciclo acqua-vapore

Introduzione

Se utilizzati insieme, l'analizzatore di silice Hach® 5500sc [0,5-5000 µg/l SiO₂] e il metodo di analisi di laboratorio 8282 per la silice in concentrazioni ultra-basse [3-1000 µg/l SiO₂] assicurano i risultati di monitoraggio della silice più accurati e affidabili. Lo spettrofotometro DR3900 può essere utilizzato per applicare il metodo 8282 nonché per misurare numerosi altri parametri. Il 5500sc è un sistema indipendente e autocalibrato, pronto per l'avvio con reagenti di qualità provenienti da un unico fornitore. Inoltre, il 5500sc può essere calibrato e convalidato con standard esterni verificati mediante il DR3900 e introdotti utilizzando la funzione "Prelievo campione". La funzione "Estrazione campione" permette una semplice verifica della misura in linea con il DR3900. La provenienza unica dei reagenti per ciascuna analisi elimina la variabilità dovuta alla qualità dei reagenti.

Contesto

Sia l'analizzatore di silice 5500sc che l'analisi della silice del DR3900 ULR utilizzano la chimica sensibile del blu eteropolimetallico per misurare basse concentrazioni di silice in applicazioni relative a cicli acqua-vapore ad alta purezza. Nella prima fase, tutti gli ioni silice e ioni fosfato presenti nel campione sono fatti reagire con ione molibdato per formare complessi di acido fosfomolibdico e silicomolibdico. I complessi di acido fosfomolibdico sono quindi distrutti per aggiunta di acido citrico. Infine, i rimanenti complessi di acido silicomolibdico vengono ridotti con acido aminonaftolsolfonico per formare un acido eteropolimetallico di colore blu. L'intensità del colore di queste specie blu è proporzionale alla quantità di silice presente nel campione originale. Ciascuno dei reagenti utilizzati in questa analisi è identico per il 5500sc e il DR3900.

Sia il 5500sc che il DR3900 sono forniti con una curva di calibrazione integrata. Tuttavia, è di importanza critica che queste calibrazioni siano verificate periodicamente per accertarsi che le curve siano accurate per ciascuno strumento specifico. La risposta dello strumento può avere una deriva nel tempo a causa del normale consumo e di fessurazioni. Questi problemi possono essere risolti con la normale manutenzione, si raccomanda tuttavia di effettuare regolarmente verifiche per assicurarsi che l'accuratezza sia mantenuta nell'intero periodo tra una manutenzione e l'altra.

5500sc

Reagente 1 silice – 6774802

Reagente 2 silice – 6774902

Reagente 3 silice – 6775202

Polvere reagente 3 silice – 6775355

Standard di silice – 6775002

Set di reagenti di silice – 6783600

DR3900

Reagente molibdato 3 – 199532

Reagente acido citrico – 2254232

Solvente di diluizione aminoacido F – 2353011

Polvere reagente aminoacido F – 2651155

Standard di silice – 2100817

Set di reagenti di silice – 2553500

Silice 5500sc che l'analisi



Spettrofotometro DR3900

Verifica della calibrazione

La verifica della calibrazione può essere effettuata analizzando uno standard noto o analizzando un singolo campione con strumenti differenti. Ciascuna di queste tecniche può essere eseguita facilmente mediante il 5500sc e il DR3900. Standard noti possono essere analizzati sul 5500sc mediante la funzione "Prelievo campione". Inoltre, se misurati con il 5500sc e il DR3900 mostrano un'accuratezza e una concordanza eccellenti tra strumenti, Figura 1. Se i valori misurati non mostrano correlazione con le concentrazioni note, la misurazione non è accurata. La fonte di questa scarsa accuratezza deve essere identificata e corretta. Segui le istruzioni per la risoluzione dei problemi nel manuale dello strumento e delle procedure.

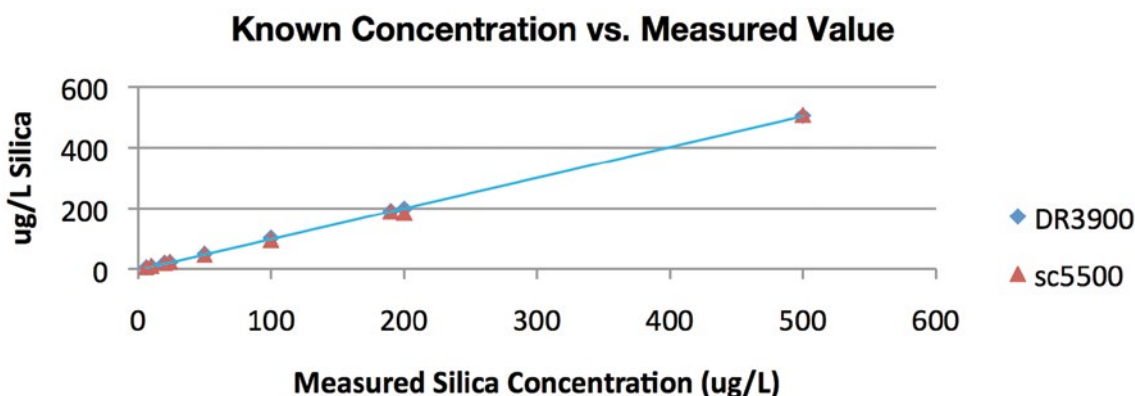


Figura 1 - Verifica con standard noto

I campioni di processo possono essere verificati mediante la funzione "Estrazione campione" del 5500sc. Gli standard noti e i campioni di processo prelevati possono essere entrambi analizzati con la procedura di laboratorio del DR3900. Il confronto tra i risultati di misura con gli standard noti o tra gli strumenti indicherà la presenza di problemi di manutenzione o di inadeguata tecnica analitica. Gli standard e i campioni misurati su ciascuno strumento mostrano un accordo eccellente, Figura 2. Se le misurazioni inter-strumento non mostrano una buona correlazione, una delle due misurazioni non è accurata. La fonte di questa scarsa accuratezza deve essere identificata e corretta. Segui le istruzioni per la risoluzione dei problemi nel manuale dello strumento e delle procedure.

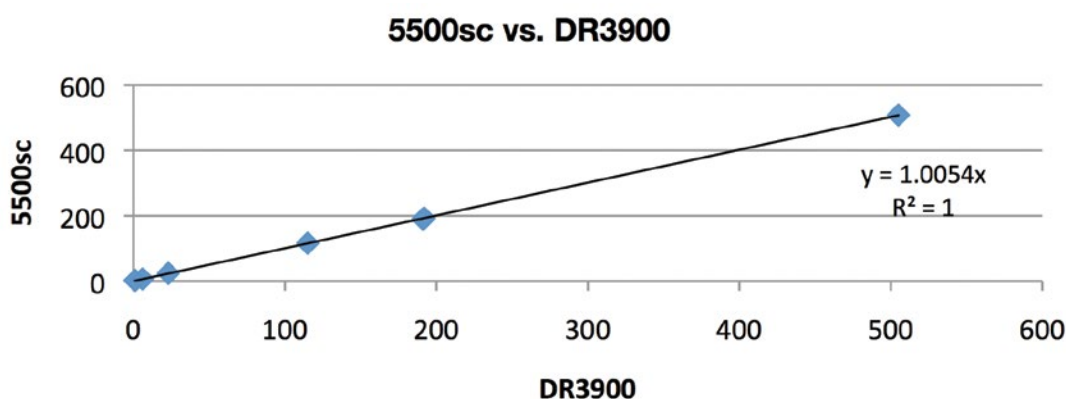


Figura 2 - Verifica inter-strumento

Procedura

Verifica con standard noto nel 5500sc:

1. Accedere al menu "Prelievo campione" dalla schermata iniziale del 5500sc.
 - a. Selezionare "Prelievo campione".
 - b. Seguire le istruzioni sullo schermo.
2. Rimuovere l'imbuto campioni dall'analizzatore e risciacquarlo con lo standard, Figura 3.
3. Installare nuovamente l'imbuto.
4. Versare 250-500 ml di standard nell'imbuto quando indicato dall'analizzatore.
5. Il valore misurato verrà visualizzato sullo schermo dell'analizzatore.
6. I risultati del campione prelevato vengono memorizzati nel Data Event Log (Registro eventi-dati).

Verifica con standard noto nel DR3900:

1. Seguire la procedura scritta utilizzando il campione prelevato.
2. Il valore misurato verrà visualizzato sullo schermo dello spettrofotometro.
3. I risultati del campione vengono memorizzati nel Data Log (Registro dati).

Verifica con campione di processo nel 5500sc:

1. Accedere al menu "Prelievo campione" dalla schermata iniziale del 5500sc.
 - a. Selezionare "Estrazione campione".
 - b. Seguire le istruzioni sullo schermo.
2. Aprire lo scompartimento inferiore dell'analizzatore.
3. Aprire la linea di Estrazione campione ponendo la valvola nella posizione aperta.
4. Sciacquare il contenitore del campione varie volte.
5. Utilizzare il campione per l'analisi con il DR3900.
6. Il valore misurato verrà visualizzato sullo schermo dell'analizzatore.
7. I risultati del campione prelevato vengono memorizzati nel Registro eventi-dati.

Verifica con campione di processo nel DR3900:

1. Seguire la procedura scritta utilizzando il campione prelevato.
2. Il valore misurato verrà visualizzato sullo schermo dello spettrofotometro.
3. I risultati del campione vengono memorizzati nel Registro dati.



Figura 3 - Imbuto per prelievo campione



Figura 4 - Uscita per prelievo campione