



Reinstwassermessung



Reinhard Manns

Reinstwassermessung

Dipl.-Ing. (FH) Reinhard Manns

Bemerkung

Diese Broschüre wurde nach bestem Wissen und Gewissen erstellt. Für mögliche Irrtümer übernehmen wir keine Gewähr. Maßgebend sind in jedem Fall die Betriebsanleitungen zu den entsprechenden Geräten.

Vorwort

Als Hersteller von Messsystemen (Messumformer/Regler und Sensor) zur Widerstands- bzw. Leitfähigkeits- und pH-Messung werden wir nahezu täglich mit der bei den Endkunden, Anwendern und Projektierern herrschenden Unsicherheit bezüglich der messtechnisch korrekten Methoden und Geräte für Reinstwasser konfrontiert.

Um hier Hilfestellung zu geben, wurde dieses Buch erstellt. Diese soll die wesentlichen Begriffe und Hintergründe zur Reinstwassermessung allgemein verständlich erläutern und damit zur „Entmystifizierung“ beitragen. Außerdem stellt sie die bei Drucklegung allgemein gültigen Verfahren zur Kalibrierung und Prüfung einer Reinstwasser-Messstelle dar, die sich derzeit noch stark an amerikanischen Vorgaben (USP/ASTM) orientiert.

Wir bemühen uns, diese Informationen zur Reinstwassermessung stets auf dem neuesten Stand zu halten und rufen die Leserschaft dazu auf, rege an einem Erfahrungs- und Wissensaustausch mitzuarbeiten. Gerne nehmen wir Ihre Anregungen und Diskussionsbeiträge entgegen.

Fulda, im April 2012

Dipl.-Ing. (FH) Reinhard Manns



JUMO GmbH & Co. KG

Moritz-Juchheim-Straße 1

36039 Fulda, Germany

Telefon: +49 661 6003-714

Telefax: +49 661 6003-605

E-Mail: analysenmesstechnik@jumo.net

Internet: www.jumo.net

Nachdruck mit Quellennachweis gestattet!

Teilenummer: 00369643

Buchnummer: FAS 614

Druckdatum: 2012-04

1	Einleitung	7
2	Grundlagen	9
2.1	Die Messung	9
2.2	Bestandteile einer Messkette	10
2.2.1	Funktionsprinzip	10
2.3	Kontrolle der Wasserqualität	11
2.3.1	Zellenkonstante	11
2.3.2	Vorgehensweise der Hersteller zur werkseitigen Bestimmung der Zellenkonstante gemäß ASTM D 5391-99 sowie ASTM D 1125-95	12
2.3.3	Materialien und Prozessanschlüsse	12
2.3.4	Qualitätssicherung bei der Sensorfertigung	13
2.3.5	Prüfzeugnisse	13
2.3.6	Empfehlung für die Messung gemäß ASTM D5391-99	13
2.4	Total Organic Carbon - TOC	14
2.4.1	Allgemeines	14
2.4.2	TOC-Messprinzip	14
2.4.3	Differenzierung zwischen TIC und TOC	15
2.4.4	TOC in Reinstwasser in den Arzneibüchern: USP und Ph. Eur.	15
2.5	pH-Messtechnik in Reinstwasser	16
2.5.1	Gerätetechnik bei der pH-Messung	18
3	Messtechnik	21
3.1	Messumformer/Regler	21
3.2	Temperaturkompensation	22
3.2.1	Temperaturkompensation bei „höheren“ Leitfähigkeiten	23
3.2.2	Besonderheit von Reinstwasser	23
3.2.3	Unkompensierter Betrieb	23
3.3	USP-Kontakt	24
3.4	Ph. Eur.-Grenzwerte	25
3.5	Sensoren	26
3.6	Leitungsmaterial/Anschlusskabel	26
4	Anwendungen	27
4.1	Anwendungsgebiete	27
4.2	Herstellung	27
4.3	Anlagenbeispiel	27
4.4	Besonderheiten im Umgang mit Reinstwasser	28
5	Qualitätssicherung	29
5.1	Qualitätssicherung bei der Messumformer-Fertigung	29

Inhalt

5.2	Prüfzeugnisse	30
5.2.1	Prüfzeugnisse für Messumformer	30
5.2.2	Zellenkonstante	30
5.2.3	Vorgehensweise der Hersteller zur werkseitigen Bestimmung der Zellenkonstante gemäß ASTM D 5391-99 sowie ASTM D 1125-95	31
5.2.4	Materialien und Prozessanschlüsse	31
5.2.5	Qualitätssicherung bei der Sensorfertigung	32
5.2.6	Prüfzeugnisse	32
5.3	Prüfmöglichkeiten vor Ort	33
5.3.1	Überprüfung des Messumformers	33
5.3.2	Neubestimmung der Zellenkonstanten	33
5.3.3	Überprüfungsintervalle	33
5.3.4	Vergleichsmessung	33
5.3.5	Bestimmung beim Hersteller (empfohlen)	33
6	Quellenangabe	35
6.1	Normen, Arzneibücher, Richtlinien	35
6.1.1	ASTM-Standards	35
6.1.2	Arzneibücher	36
6.1.3	VDI-Richtlinien	37
6.1.4	DIN-/ISO-/EN-Normen	37
6.2	Literatur	38
7	Anhang	39
7.1	Beispiel eines Prüfprotokolls für die Sensoren	39
7.2	Beispiele für Prüfprotokolle von Messumformern	40

Bei der Messung von Reinstwasser handelt es sich um ein sehr spezielles Teilgebiet der Leitfähigkeitsmesstechnik. Wie der Begriff schon erahnen lässt, handelt es sich um Wasser in seiner reinsten Form, d. h. ohne jegliche Verunreinigung.

Diese Qualität macht es zu einem interessanten Material für unterschiedliche Einsatzfälle. Hier seien nur beispielhaft folgende Bereiche genannt:

- als Reinigungsmittel in der Halbleiterindustrie
- in der Lebensmittelindustrie als Reinigungsgang nach dem eigentlichen Spülen mit Reinigungsmitteln
- in der Pharmaindustrie zu Reinigungs- und Verdünnungszwecken

Die oben aufgeführten Bereiche erfordern eine entsprechende Qualitätskontrolle. Diese kann auf zwei Wegen erfolgen: durch Laboruntersuchungen (Stichprobenkontrollen) und durch Online-Messtechnik.

Als relativ einfache Online-Messung kommt die Leitfähigkeitsmessung zum Einsatz.

Die notwendigen Wasserqualitäten bewegen sich im Leitfähigkeitsbereich $< 1 \mu\text{S}/\text{cm}$ (bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$). Wie bei allen speziellen Teilgebieten (Randbereichen) sind auch hier besondere Maßnahmen bezüglich Messung und Handhabung erforderlich.

1 Einleitung

2.1 Die Messung

Über eine kontinuierliche Leitfähigkeitsmessung kann die Wasserqualität schnell und sicher kontrolliert werden. Grundsätzlich ist die Leitfähigkeit des Messmediums von der Anzahl, der Ladungszahl und der Beweglichkeit der Ionen abhängig. Ein Leitfähigkeitssensor erfasst die Summe aller in der Lösung befindlicher Ionen.

Die Messung erfolgt mit Leitfähigkeitssensoren, die nach dem Zwei-Elektroden-Verfahren arbeiten. Bei dieser Anwendung sind die Elektroden konzentrisch angeordnet, wobei die äußere die innere Elektrode abschirmt.

Da die elektrolytische Leitfähigkeit stark temperaturabhängig ist, wird der Messwert der gemessenen Flüssigkeit normalerweise auf die international anerkannte Referenztemperatur von 25 °C bezogen (temperaturkompensiert). Hier bildet ein spezielles Bewertungsverfahren nach USP (water conductivity <645>) eine Ausnahme, dort muss unkompensiert gemessen werden.

Die Qualität von Reinstwasser (*ultra pure water*, purified water, water for injection usw.) ist in einigen Normen bzw. Empfehlungen beschrieben, z. B. bei ASTM (American Society For Testing and Materials), Pharmacopoea Europaea (Ph. Eur.) USP (United States Pharmacopeia) und DIN- oder ISO-Normen. Aufgrund der hohen Akzeptanz der US-amerikanischen Normen und Empfehlungen kommen diese praktisch weltweit zur Anwendung oder lehnen sich andere Vorgaben an diese an.

Nachfolgend sind typische Leitfähigkeitsbereiche aufgeführt – Referenztemperatur 25 °C:

- Brauch-/Rohwasser ca. 300 bis 800 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- teilentsalztes Wasser ca. 20 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- Reinwasser (VE-Wasser) ca. 2 bis 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- Reinstwasser 0,055 bis 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$

2 Grundlagen

2.2 Bestandteile einer Messkette

Eine komplette Messkette für Reinstwassermessungen besteht aus:

- Reinstwasser-Messumformer/Regler
- Reinstwassersensor mit exakt vermessener Zellenkonstante
- Temperaturfühler (meist in der Reinstwassersensor integriert)
- Anschlussleitung

2.2.1 Funktionsprinzip

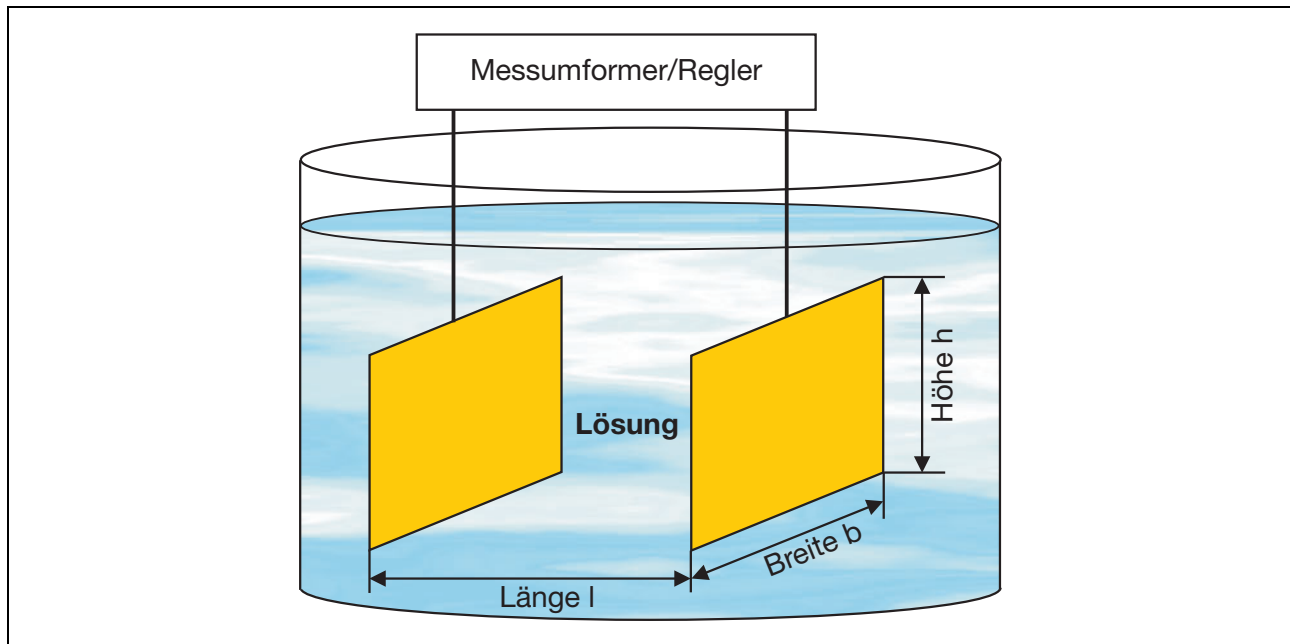


Abbildung 1: Das Messprinzip ist die konduktive Leitfähigkeitsmessung mit einer Zwei-Elektrodensensor

Eine Zwei-Elektrodensensor besteht aus zwei leitfähigen Messelektroden (bei Reinstwasser aus Edelstahl oder Titan), die in einer bestimmten Geometrie angeordnet sind. Diesen geometrischen Zusammenhang aus Abstand der Sensoren zueinander (Länge l) und wirksame Messfläche A (Breite $b \times$ Höhe $h =$ Fläche A) nennt man **Zellenkonstante K (Einheit $[1/cm]$)**.

Bei Reinstwasser muss diese Zellenkonstante $K = 0,01$ betragen (größerer Zellenkonstanten, z. B. $K = 0,1$; $K = 1,0$ bedeuten auch größere Messbereiche).

Reale Sensoren weisen oft einen koaxialen Aufbau auf, d. h. die beiden Messelektroden sind konzentrisch angeordnet. Außerdem ist in diesen Sensoren meist ein Temperaturfühler zur Erfassung der Mediumtemperatur integriert.

Der Messumformer beaufschlagt der Zwei-Elektrodensensor mit einer Wechselspannung. Es stellt sich aufgrund des elektrischen Widerstandes der Messlösung ein Wechselstrom ein, der durch den Messumformer unter Berücksichtigung der Zellenkonstante und eventuell der Mediumtemperatur in die Leitfähigkeit (bzw. den Widerstand) der Messlösung umgerechnet wird.

Weiterführende Informationen entnehmen Sie dem Kapitel 3 „Messtechnik“.

2.3 Kontrolle der Wasserqualität

Zur Kontrolle der Qualität von Reinstwasser werden neben Laboranalytik folgende Online-Messmethoden eingesetzt: elektrische Leitfähigkeit, **T**otal **O**rganic **C**arbon (TOC) und pH-Wert sowie ggf. Partikelmessung.

Über die Leitfähigkeit erfasst man Verunreinigungen, die in ionischer Form vorliegen. Hierzu gehören in erster Linie anorganische Ionen, wie z. B. Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- , SO_4^{2-} , aber auch organische Ionen, wie z. B. dissoziierte Carbonsäuren.

Ungeladene organische Verunreinigungen werden über eine Leitfähigkeitsmessung nicht erfasst. Diese Lücke wird durch die TOC-Messung geschlossen. Zur TOC-Bestimmung gibt es verschiedene Ansätze. Alle Verfahren beruhen darauf, dass man organische Verbindungen zu Kohlendioxid (CO_2) oxidiert und das gebildete CO_2 bestimmt.

Saure oder alkalische Verunreinigungen werden neben Leitfähigkeitsmessungen auch über die Veränderung des pH-Wertes erkannt.

Partikel, die besonders in der Halbleitertechnik stören, werden durch die Partikelmessung z. B. über Laserstreuung bestimmt.

2.3.1 Zellenkonstante

Der in Kapitel 2.2 „Bestandteile einer Messkette“ beschriebene geometrische Faktor **Zellenkonstante K** spielt insbesondere bei der Reinstwassermesstechnik eine wichtige Rolle.

Produktionsbedingt unterliegen die Zellenkonstanten handelsüblicher Zellen Abweichungen von bis zu $\pm 10\%$. Dies erscheint nur bei erster Betrachtung sehr ungenau zu sein – ein falsch eingestellter Temperaturkoeffizient kann wesentlich größere Messfehler zur Folge haben.

Nach USP muss die Zellenkonstante auf $\pm 2\%$ genau bekannt sein. JUMO-Sensoren können mit einem ASTM-Prüfzeugnis, in dem die genaue Zellenkonstante bescheinigt wird, geliefert werden.

Zur individuellen Kalibrierung der Leitfähigkeitssensoren bieten moderne Messumformer umfangreiche Möglichkeiten (z. B. automatische Bestimmung der Zellenkonstanten, Kalibrieren mit Prüflösungen). Damit werden Temperatur, Temperaturkoeffizient und Zellenkonstante berücksichtigt.

Besonderheit Reinstwasser

Durch die ASTM-Temperaturkompensation (Kapitel 3.2.2 „Besonderheit von Reinstwasser“) entfällt der mögliche Messfehler durch einen falsch eingestellten Temperaturkoeffizienten. Hier überwiegt der Einfluss des Messfehlers aufgrund nicht exakter Zellenkonstanten.

Auch Reinstwassersensoren können o. g. Abweichungen von ihrer nominellen Zellenkonstanten $K = 0,01$ haben.

Leider gibt es keine praktisch verwendbaren Prüf- oder Kalibrierflüssigkeiten für den Reinstwasserbereich, d. h. unter $10\ \mu\text{S}/\text{cm}$. Flüssigkeiten mit solchen Leitfähigkeitswerten liefern keine stabilen Referenzwerte, da sie sofort Kohlendioxid aus der Luft aufnehmen und sich dadurch verändern.

Reinstwasser-Messkette vorbereiten

Es ist daher erforderlich, dass man Reinstwassersensoren mit einer exakt vermessenen Zellenkonstante einsetzt. Bei solchen Sensoren hat der Hersteller ein Prüfzeugnis, z. B. das sogenannte „ASTM-Prüfzeugnis“ erstellt, in dem die Zellenkonstante auf mehrere Kommastellen genau eingetragen wurde. Bei der Inbetriebnahme der Messstelle muss nur noch diese exakte Zellenkonstante in den Messumformer einprogrammiert werden; danach ist der Sensor messbereit.

Regelwerke

Die Vorgehensweise bei der werkseitigen Bestimmung der exakten Zellenkonstante ist in einem Regelwerk der ASTM festgelegt worden. Europäische Regelungen gibt es noch nicht.

2 Grundlagen

2.3.2 Vorgehensweise der Hersteller zur werkseitigen Bestimmung der Zellenkonstante gemäß ASTM D 5391-99 sowie ASTM D 1125-95

Die Bestimmung der Zellenkonstante erfolgt mittels einer Vergleichsmessung. Die verwendete Flüssigkeit hat hierbei eine Leitfähigkeit im Bereich von 5 bis 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Die ASTM D 5391-99 geht davon aus, dass die in diesem Leitfähigkeitsbereich bestimmte Zellenkonstante auch bei kleineren Leitfähigkeiten (Reinstwasserbereich) Gültigkeit hat.

Aufbau

Der apparative Aufbau besteht aus einem Reinstwasser-Kreislauf, einer Leitfähigkeits-Referenzmessung und des zu vermessenden Sensors. Diese ist an einen Labor-Leitfähigkeitsmessumformer angeschlossen. Nachdem sich ein stabiler Leitwert eingestellt hat (kontrolliert durch die Leitfähigkeits-Referenzmessung, die unkompensiert durchgeführt wird), wird mit dem Labor-Leitfähigkeitsmessumformer die Zellenkonstante des zu vermessenden Leitfähigkeitssensors bestimmt. In der USP (water conductivity <645>) wird eine Genauigkeit der bestimmten Zellenkonstante von $\pm 2\%$ gefordert.

Diese Anforderung wird bei JUMO erfüllt.

Messergebnis

Das Messergebnis wird mit den relevanten Daten in das entsprechende Prüfprotokoll eingetragen. Die verwendeten Prüfmittel und -geräte sind auf nationale und internationale Normale rückführbar.

2.3.3 Materialien und Prozessanschlüsse

Die für den Reinstwassersensor verwendeten Materialien richten sich nach den Anforderungen des Einsatzfalles bzw. nach den vorliegenden Gegebenheiten am Messort. Gleiches gilt für den Prozessanschluss des Sensors.

Entscheidend bei der Auswahl sind u. a. folgende Gesichtspunkte:

- Prozessdruck
- Temperatur des Mediums
- Material der Verrohrung, in die die Messstelle eingebaut werden soll
- hygienische Anforderungen

Als Standardmaterial für die Sensoren findet man Edelstähle, z. B. 1.4435; AISI316L oder DIN 1.4571. Für ultrareine Wässer empfiehlt sich Titan als Material für die Elektroden.

Bei den Prozessanschlüssen ist JUMO ebenfalls variabel:

- Einschraubgewinde nach DIN oder NPT in verschiedenen Größen
- (Tri-)Clamp
- Milchkegel
- nach Kundenwunsch

Für besonders hygienische Anforderungen stehen Ausführungen komplett in poliertem Edelstahl mit Oberflächenrauigkeit $< 0,8\ \mu$ zur Verfügung.

2.3.4 Qualitätssicherung bei der Sensorfertigung

JUMO ist zertifiziert nach ISO 9001.

Alle JUMO-Prüfmittel und -geräte sind auf nationale und internationale Normale rückführbar.

JUMO verfügt über eine hohe Fertigungstiefe, d. h. bereits die Rohteile der Sensoren werden im eigenen Haus auf modernsten CNC-Maschinen gefertigt. Dadurch ist eine hohe, gleichbleibende Qualität sichergestellt. Da alle Sensoren einer Einzelstückprüfung unterworfen sind, ist ein größtmögliches Maß an Qualität gewährleistet.

Ein JUMO-Reinstwassersensor zum Einsatz in sensiblen Bereichen wie Lebensmitteltechnik oder Pharmazie erfüllt natürlich alle Anforderungen des Marktes bzw. maßgeblicher Organisationen:

- USP Angabe der Zellenkonstante mit einer Genauigkeit von ± 2 %
- Material nach EHEDG (**E**uropean **H**ygienic **E**quipment **D**esign **G**roup):
u. a. DIN-Nr. 1.4404, DIN-Nr. 1.4435, AISI316L, DIN-Nr. 1.4571
- Oberflächenrauigkeit nach EHEDG (**E**uropean **H**ygienic **E**quipment **D**esign **G**roup):
 $R_a \leq 0,8 \mu\text{m}$
- Dichtungs- und Körpermaterialien FDA (**F**ood and **D**rug **A**dministration (amerikanische „Lebensmittelbehörde“)) bzw. BGA (**B**undesgesundheitsamt (alte Bezeichnung)) zugelassen: u. a. EPDM, PVDF

Alle aufgeführten Punkte werden von JUMO-Leitfähigkeitssensoren erfüllt.

2.3.5 Prüfzeugnisse

Grundsätzliche Anmerkungen zu Prüfzeugnissen siehe Kapitel 2.3.5 „*Prüfzeugnisse*“.

Prüfzeugnisse für Sensoren

Insbesondere für Sensoren können folgende Prüfzeugnisse angefordert werden (Werksbescheinigungen und Abnahmeprüfzeugnisse nach EN 10204/DIN 50049):

- ASTM-Prüfzeugnis – Aufpreis nach aktueller Preisliste „Exakt vermessene Zellenkonstante“
- Werksbescheinigung 2.1 – kostenlos
- Werkszeugnis 2.2 – Kosten nach Aufwand
- Abnahmeprüfzeugnis 3.1 – Kosten nach Aufwand
(z. B. Materialbestätigung Edelstahl 1.4571, Bestätigung der Rauigkeit o. ä.)
- FDA-Bestätigung: Verwendete Kunststoffe (Isolator und O-Ringe) sind FDA-gelistet

2.3.6 Empfehlung für die Messung gemäß ASTM D5391-99

- der Sensor sollte immer angeströmt werden; bei stehenden Flüssigkeiten können z. B. durch Blasenbildung Fehlmessungen entstehen
- optimale Strömungsgeschwindigkeit ca. 2 m/s
- die Anströmung sollte konstant sein, da Änderungen direkten Einfluss auf den Messwert haben können
- in geschlossenen Systemen messen
- pH-Sensoren in Strömungsrichtung vor dem Leitfähigkeitssensor sind nicht zulässig
- Sensor und Rohrleitungen sollten die gleiche Temperatur aufweisen wie das Messmedium; Angleicheffekte können die Messwerte beeinflussen
- Leitungslängen von > 7 m zwischen Sensor und Messumformer sind möglichst zu vermeiden

2 Grundlagen

2.4 Total Organic Carbon - TOC

2.4.1 Allgemeines

Die Messung der elektrischen Leitfähigkeit im Reinstwasser wird ergänzt durch eine andere Messmethode, mit welcher (nicht-ionische) organische Verunreinigungen erfasst werden.

Obwohl JUMO kein Anbieter von TOC-Messtechnik ist, soll hier kurz auf das in der Reinstwasser-Messtechnik häufig eingesetzte Verfahren eingegangen werden.

Die TOC-Messtechnik ist Bestandteil vieler Regelwerke über Reinstwasser, so werden z. B. TOC-Werte in Arzneibüchern (USP, Ph. Eur.), in DIN- und ASTM-Normen genannt.

Begriffe und Abkürzungen

Im Zusammenhang mit TOC-Bestimmungen gibt es noch weitere verwandte Begriffe und Abkürzungen, die hier kurz erwähnt werden sollen:

- TC (total carbon): gesamter Kohlenstoff
- TOC (total organic carbon): gesamter organischer Kohlenstoff
- TIC (total inorganic carbon): gesamter anorganischer Kohlenstoff
- DOC (dissolved organic carbon): gelöster organischer Kohlenstoff
- VOC (volatile organic carbon): flüchtiger organischer Kohlenstoff

Es besteht folgender Zusammenhang:

$$TC = TIC + TOC \quad (1)$$

2.4.2 TOC-Messprinzip

Generell wird bei der Bestimmung des TOC das organische Material zu Kohlendioxid oxidiert, welches anschließend quantitativ bestimmt wird. Die Bestimmung des CO₂ erfolgt häufig durch Infrarotspektroskopie oder auch Konduktometrie.

Im ersten Fall kann Kohlendioxid selektiv über die Absorption im Nahinfrarot-Bereich(NIR)-Bereich erfasst werden. Im zweiten Fall misst man die durch Kohlendioxid verursachte Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit der Probenlösung.

Verfahren

Zur Oxidation der organischen Bestandteile zu Kohlendioxid können verschiedene Verfahren eingesetzt werden:

- thermische Oxidation mit Sauerstoff oder synthetischer Luft bei Temperaturen bis zu 1200 °C, ggf. Einsatz von Katalysatoren, z. B. Platin
- nasschemische Oxidation, beispielsweise mit Natriumperoxodisulfat, Kaliumdichromat oder Kaliumpermanganat
- Oxidation durch UV-Bestrahlung (Aufschluss), ggf. mit Zusatz von Sauerstoff oder chemischem Oxidationsmittel

Einsatzgebiete

Die letzte der drei Methoden wird häufig als Online-Methode zur Bestimmung des TOC in Reinstwasser eingesetzt. Die beiden ersten Methoden werden dagegen häufig in Bereichen eingesetzt, wo höhere TOC-Werte zu bestimmen sind, z. B. im Abwasserbereich.

2.4.3 Differenzierung zwischen TIC und TOC

Direkt- oder Austreibmethode

TIC muss vor der Bestimmung des TOC durch Ansäuern und Ausblasen entfernt werden, d. h. physikalisch gelöstes CO₂ bzw. Hydrogencarbonate oder Carbonate werden in Form von Kohlendioxid ausgetrieben. Bei diesem Schritt können auch leichtflüchtige organische Komponenten verdampfen (VOC, z. B. Benzol, Haloforme).

Indirektmethode

In zwei getrennten Untersuchungen werden TC und TIC bestimmt.

Der TOC ergibt sich dann aus der Differenz von TC und TIC.

Bei Reinstwasser wird häufig die erste Methode verwendet, da hier davon ausgegangen werden kann, dass keine leichtflüchtigen organischen Bestandteile (VOC) enthalten sind.

2.4.4 TOC in Reinstwasser in den Arzneibüchern: USP und Ph. Eur.

Die TOC-Bestimmung im Reinstwasser wird im USP und im Ph. Eur. beschrieben, wobei die Monographie im Ph. Eur. in fast allen Einzelheiten dem USP entspricht. Eine bestimmte Oxidations- oder Bestimmungsmethode wird nicht vorgegeben.

Die Eignung der Methode muss in einem „system suitability test“ nachgewiesen werden:

Hierzu wird das System mit einer bekanntermaßen schwer oxidierbaren Substanz (1,4-Benzochinon) im Vergleich zu einer leicht oxidierbaren Referenzsubstanz (Saccharose) getestet, wobei der Blindwert des Wassers berücksichtigt wird.

Eine weitere Anforderung der Arzneibücher Ph. Eur. und USP ist, dass das Messsystem zwischen anorganisch und organisch gebundenem Kohlenstoff unterscheiden kann und eine Erfassungsgrenze für TOC von mindestens 0,05 mg/l besitzt.

Beide Arzneibücher fordern eine TOC-Obergrenze von 0,5 mg C/l (500 ppb).

2 Grundlagen

2.5 pH-Messtechnik in Reinstwasser

In manchen Bereichen wird auch eine pH-Messung in Reinstwasser vorgeschrieben. Bei einer pH-Messungen in Reinstwasser ist man messtechnisch vor Probleme gestellt, die sich hauptsächlich aus der geringen Leitfähigkeit bzw. der geringen Ionenstärke des Reinstwassers ergeben. Je geringer die Leitfähigkeit ist, umso größer werden diese Probleme.

Diaphragmawiderstand

Ein wesentlicher Teil der Probleme bei der pH-Messung im Reinstwasser tritt am Diaphragma der Bezugsselektrode auf. DIN 19264 fordert für den Diaphragmawiderstand eine Obergrenze von 5 k Ω , damit der Spannungsabfall am Diaphragma der Bezugsselektrode möglichst gering bleibt.

Der Diaphragmawiderstand wird durch schlecht leitendes Reinstwasser, welches trotz des entgegen gerichtetem Elektrolytflusses in das Diaphragma eindiffundiert, noch zusätzlich vergrößert. Um den Diaphragmawiderstand durch das zurück diffundierende Messwasser nicht zu hoch werden zu lassen, sollte mit einer relativ hohen Ausflussrate des Bezugsselektrolyten gearbeitet werden. Aus diesem Grund sollte von einer Verwendung von Elektroden mit verfestigtem Bezugsselektrolyten abgesehen werden.

Ausbreitungswiderstand

Direkt hinter dem Diaphragma der Bezugsselektrode, wo die elektrolytische Leitung durch im Reinstwasser enthaltene Ionen übernommen werden muss, tritt der sogenannte Ausbreitungswiderstand auf. Der Bezugsselektrolyt der in das Messwasser eintritt, übernimmt hier zumindest teilweise die Stromleitung. Der Ausbreitungswiderstand ist von der Art und Fläche der eingesetzten Diaphragmen abhängig.

Diaphragma	Durchmesser	Ausbreitungswiderstand
Keramik	0,6 mm	6600 k Ω
Keramik	1,0 mm	4000 k Ω
Keramik	3x 1,0 mm	1300 k Ω

Tabelle 1: Ausbreitungswiderstände verschiedener Diaphragmen in vollentsalztem Wasser nach Galster [2]

Da die Anströmung auf den Ausbreitungswiderstand Einfluss hat, sollte diese während der Messung möglichst konstant sein.

Diffusionspotenzial

Ein weiteres Problem bei der pH-Messung in Reinstwasser ist das Diffusionspotenzial, das sich an der Grenzfläche bildet, an der das Reinstwasser und die Elektrolytlösung miteinander in Kontakt kommen. Das Diffusionspotenzial entsteht durch die unterschiedlichen Wanderungsgeschwindigkeiten der am Ladungstransport beteiligten Ionen und geht in das Gesamtpotenzial mit ein. Bei der Diffusion der Ionen von der konzentrierteren Seite des Bezugsselektrolyten in das Reinstwasser sind Anionen und Kationen nicht genau gleich schnell, d. h. die eine Ionensorte wird die andere „überholen“. Deswegen kommt es zu einer Ladungstrennung und damit zur Ausbildung des Diffusionspotenzials. Der Ladungstrennung wirkt das sich damit aufbauende elektrische Feld entgegen. Letztendlich stellt sich ein Gleichgewichtszustand ein.

Meist verwendet man KCl als Bezugselektrolyt, weil hier die Wanderungsgeschwindigkeiten von Anion und Kation sehr ähnlich sind. Dennoch kommt es auch hier zur Ausbildung eines Diffusionspotenzials. Die Größe des sich ausbildenden Diffusionspotenzials kann nach Henderson [3] berechnet werden.

Mit der Gleichung von Henderson kann gezeigt werden, dass im Falle von Reinstwasser die Größe des Diffusionspotenzials mit sinkender Konzentration des Bezugselektrolyten abnimmt [4]. Die Konzentration des Bezugselektrolyten kann jedoch nicht beliebig herabgesetzt werden, da es sonst zu Fehlern bei der Kalibrierung in Pufferlösungen kommt. Meist wählt man daher einen Kompromiss und verwendet z. B. 1 mol/l KCl als Bezugselektrolyt. Außerdem vermindert man mit der Absenkung der KCl-Konzentration das Risiko einer Verblockung des Diaphragmas durch ausfallendes AgCl. AgCl ist in einer höher konzentrierten KCl-Lösung besser löslich als in einer weniger konzentrierten, deswegen kann es ausfallen, wenn der Bezugselektrolyt durch in das Diaphragma eintretendes Reinstwasser verdünnt wird.

Schirmung und Erdung

Da infolge der geringen Leitfähigkeit des Reinstwassers elektrostatische Aufladungen nur langsam abfließen können, ist eine **gute** Schirmung und Erdung der Messlösung zu empfehlen. Alle Erdleitungen sollten an einem Punkt zusammengeführt werden und nur dort geerdet werden.

Schwacher Puffer

Naturgemäß ist Reinstwasser nur schwach oder überhaupt nicht gepuffert. Daher können schon geringste Spuren von pH-Wert beeinflussenden Stoffen aus der Umgebungsluft oder aus Installationsbestandteilen (z. B. CO₂ aus der Luft oder Alkalien aus Glas) den pH-Wert des Reinstwassers stark verändern. Der pH-Wert von Reinstwasser sinkt beispielsweise von 7 auf einen Wert von etwa 5,4 ab, wenn das Wasser mit Luft gesättigt ist [4]. Bereits bei 1 % Sättigung mit Luft fällt der pH-Wert des Reinstwassers auf 6,4. Um den Zutritt von Kohlendioxid aus der Luft zu verhindern, muss daher in jedem Fall mit einer abgeschlossenen Durchflussarmatur gearbeitet werden. Am besten verwendet man eine entsprechend geerdete Armatur aus Metall.

Zusätze

Gelegentlich wird empfohlen, dem Reinstwasser neutrale Salze, z. B. KCl, zuzusetzen, um die Leitfähigkeit des Wassers zu erhöhen und dadurch die pH-Messung zu vereinfachen. So gibt beispielsweise das USP für verschiedene abgepackte Wasserqualitäten (z. B. Sterile Purified Water, Bacteriostatic Water for Injection, Sterile Water for Inhalation, Sterile Water for Injection) vor, 0,3 ml gesättigte KCl-Lösung auf 100 ml Testlösung zuzusetzen und anschließend den pH-Wert zu messen. In der Literatur [2] wird hiervon abgeraten, da die Veränderung der Ionenstärke oder eingeschleppte Verunreinigungen in dem schwach gepufferten Wasser einen großen Einfluss auf den pH-Wert haben können.

Pufferlösungen

Zur Kalibrierung der Messketten für den Einsatz in Reinstwasser sollten statt technischer Pufferlösungen nach DIN 19267 die weniger konzentrierten Standardpufferlösungen nach DIN 19266 verwendet werden. Hierdurch ist der Gedächtniseffekt im Diaphragma der Bezugselektrode, der z. B. durch die Schichtung von Bezugselektrolyt/Reinstwasser/Pufferlösung entsteht, weniger stark ausgeprägt bzw. wird schneller abgebaut. Die Verwendung der Standardpufferlösungen mit niedrigeren Ionenstärken bringt außerdem den Vorteil, dass die Diffusionspotenziale, die am Diaphragma zwischen Bezugselektrolyt und Reinstwasser bzw. Bezugselektrolyt und Standardpufferlösung entstehen, näher beieinander liegen. Der Fehler aus der Annahme, dass das Diffusionspotenzial bei Kalibrierung und Messung gleich sind, wird dadurch klein gehalten.

2 Grundlagen

2.5.1 Gerätetechnik bei der pH-Messung

Wenn eine Online-pH-Messung von Wasser mit niedriger Leitfähigkeit durchgeführt werden soll, empfehlen wir folgende JUMO-Geräte, um Probleme zu minimieren, welche zwangsläufig bei dieser Art von Messung auftreten:

- Schliff-Einstabmesskette mit flüssigem Bezugs elektrolyten in Verbindung mit einem KCl-Vorratsgefäß

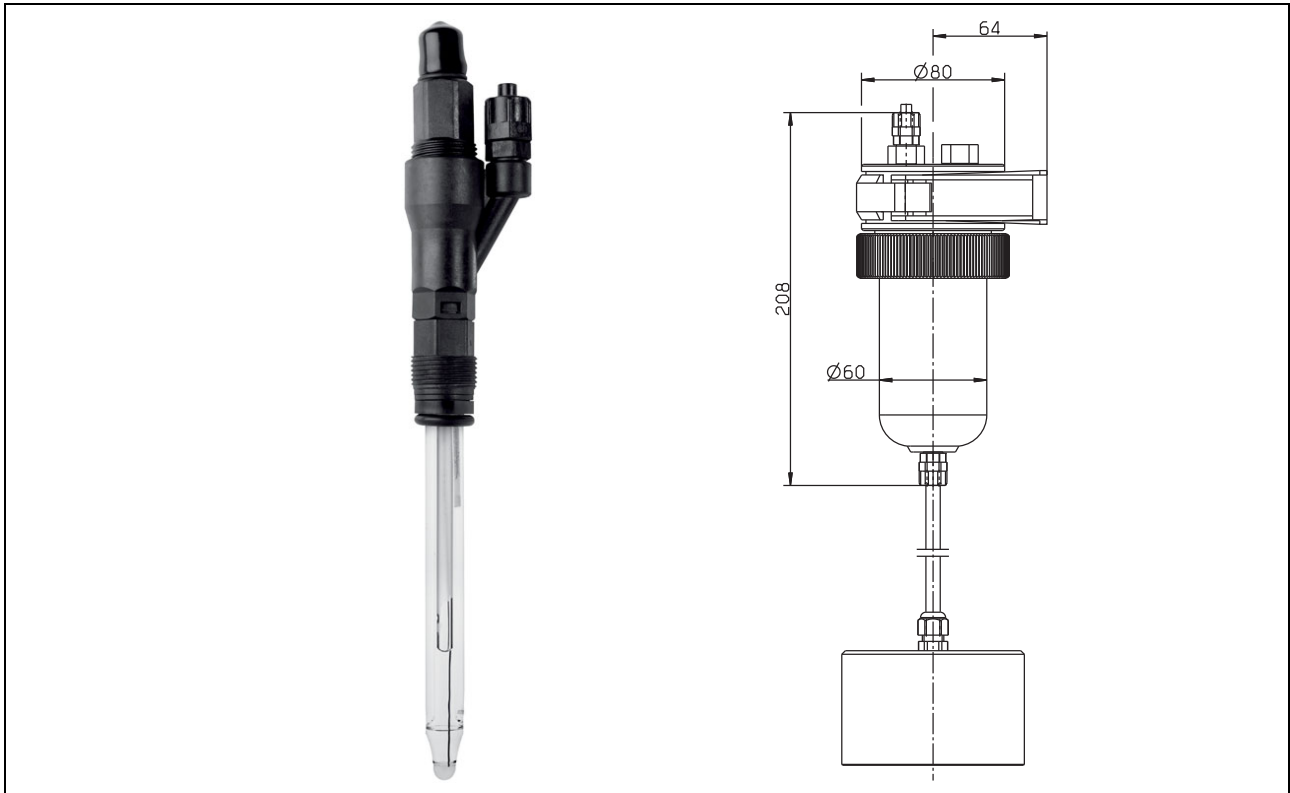


Abbildung 2: Einstabmesskette mit 3x Keramikdiaphragmen und KCl-Vorratsgefäß

- Messumformer/Regler für pH-Wert (Typ JUMO dTRANS pH 02)



Abbildung 3: JUMO AQUIS 500 pH (links), JUMO ecoTRANS pH 03 (mitte) und JUMO dTRANS pH 02 (rechts)

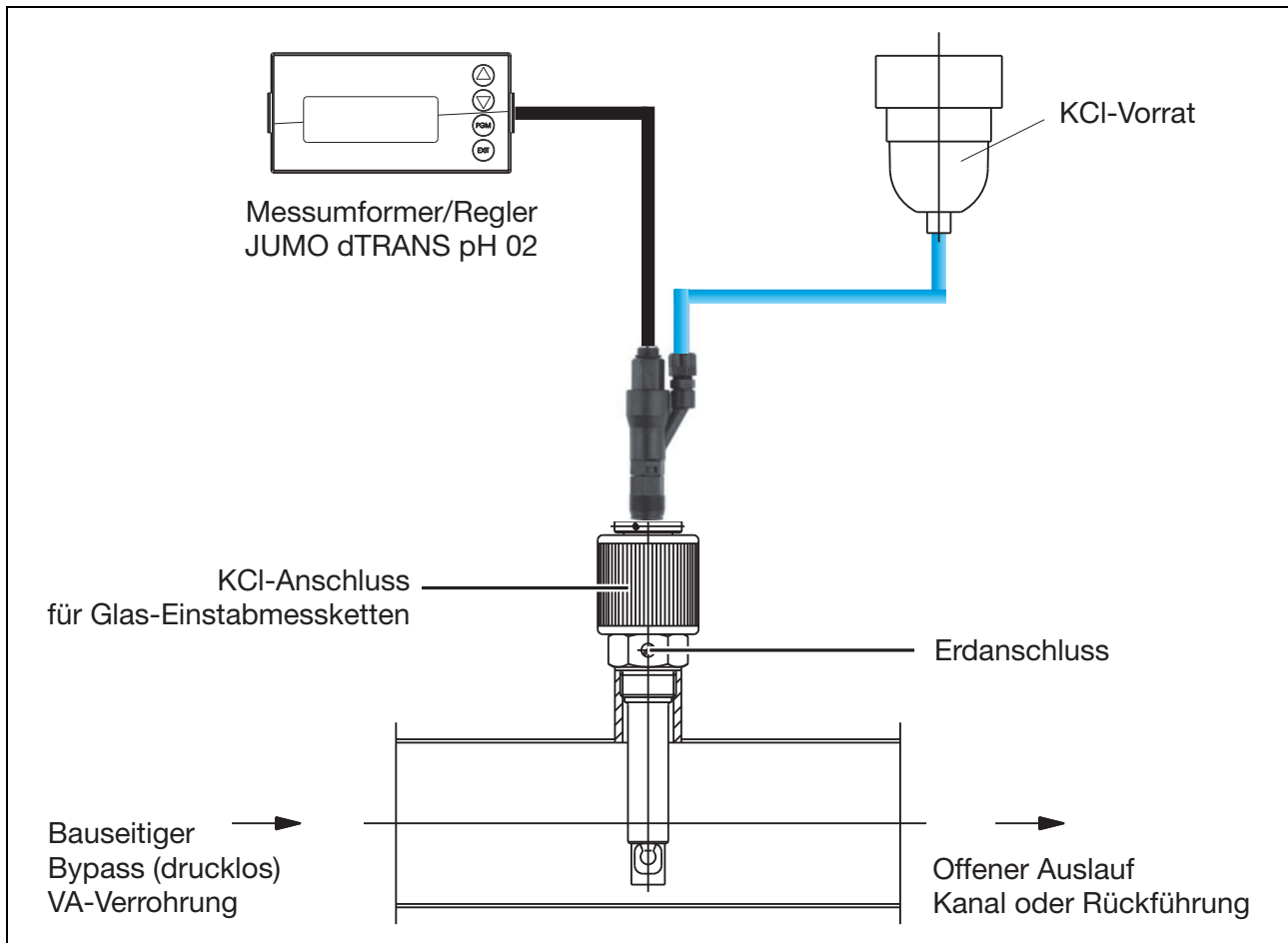


Abbildung 4: Beispiel einer Messkette zur Reinstwassermessung

Die Erdung der Metallarmatur muss mit eventuell vorhandenen anderen Erdleitungen zusammengefasst werden.

Als Bezugsselektrolyt sollte statt der üblichen 3 mol/l KCl nur 1 mol/l KCl verwendet werden.

Zur Kalibrierung verwendet man vorzugsweise die verdünnten Standard-Pufferlösungen nach DIN 19266 anstelle der technischen Pufferlösungen nach DIN 19267.

Die Online-pH-Messung erfolgt am besten im freien Auslauf, weil so Diaphragma-Probleme durch Druckschwankungen vermieden werden.

Durch den gewollten Bezugsselektrolyt-Verlust am Diaphragma wird das Messwasser mit KCl kontaminiert. Es muss daher geprüft werden, ob das Messwasser in den Reinstwasserstrom zurück geführt (also vor eine Aufbereitungsstufe (Ionentauscher oder Umkehrosmose) geführt) oder verworfen werden soll.

2 Grundlagen

3.1 Messumformer/Regler



Abbildung 5: JUMO AQUIS 500 CR (links), JUMO ecoTRANS Lf 03 (mitte) und JUMO dTRANS CR 02 (rechts; erfüllt USP <645>)

Rückblick

In der Anfangszeit der Reinstwassermesstechnik wurden analoge Schaltungen eingesetzt, die mit speziellen Anpassungen der Leitfähigkeitsmessung von Reinstwasser und dessen Temperaturkompensation ausgestattet waren.

Diese analogen Messumformer weisen zwei Schwächen auf:

- es ist schwierig, die exakte Zellenkonstante einzustellen
- bei der Temperaturkompensation des spezifischen Widerstandes bzw. der Leitfähigkeit von Reinstwasser kann nicht mit einem konstanten Temperaturkoeffizienten T_k gearbeitet werden; auch komfortablere Geräte, die den T_k durch eine nichtlineare Funktion (NTC-Kompensation) nachzubilden versuchen, lassen sich nur begrenzt anwenden; diese Funktion hat nur Gültigkeit für Reinstwasser ohne Verunreinigung

Stand der Technik

Heute setzt man Mikroprozessor-Messumformer ein.

Durch diese Technik stehen dem Hersteller und damit auch dem Anwender eine Vielzahl von Möglichkeiten offen.

JUMO-Reinstwasser-Messumformer bieten folgende Möglichkeiten:

- numerische (exakte) Eingabe der Zellenkonstanten
- Temperaturkompensation nach ASTM D 1125-95
- Grenzwertüberwachung nach USP (water conductivity <645>)

3 Messtechnik

3.2 Temperaturkompensation

Leitfähigkeit wässriger Lösungen

Die Leitfähigkeit wässriger Lösungen setzt sich aus zwei Komponenten zusammen, z. B.:

- der Eigenleitfähigkeit von Wasser infolge Autoprotolyse werden H_3O^+ - und OH^- -Ionen abgebildet (0,055 $\mu\text{S}/\text{cm}$ bei 25 °C)
- und der Leitfähigkeit zusätzlich vorhandener Inhaltsstoffe (Salze, Verschmutzungen etc.)

Leitfähigkeit bei wechselnden Temperaturen

Die Leitfähigkeit einer Flüssigkeit ist stark temperaturabhängig, d. h. bei wechselnden Temperaturen verändert sich die gemessene Leitfähigkeit.

Je nach chemischer Zusammensetzung wässriger Medien kann sich die Leitfähigkeit in unterschiedlicher Weise mit der Temperatur ändern.

Referenztemperatur

Um Messwerte miteinander vergleichen zu können, werden Leitfähigkeitsangaben meist auf die international gebräuchliche Referenztemperatur von 25 °C bezogen.

Temperaturkompensation

Die Leitfähigkeits- bzw. Reinstwassermessumformer müssen deshalb die Temperatur des Mediums berücksichtigen:

- manuelle Temperaturkompensation (Tk): In den Messumformer wird die Mediumstemperatur einprogrammiert bzw. an einem Potenziometer eingestellt
- automatische Temperaturkompensation (Tk): Über einen Temperaturfühler (meist in den Sensor integriert) wird stets die aktuelle Mediumstemperatur dem Messumformer zur Verfügung gestellt
- eine Funktion muss das Temperaturverhalten der speziellen Wasserqualität (z. B. in Abhängigkeit von enthaltenen Verunreinigungen im Reinstwasser) möglichst genau beschreiben

Temperaturkoeffizient α (Alpha)

Damit der Messumformer die tatsächlich gemessenen Leitfähigkeiten auf die Leitfähigkeit bei 25 °C umrechnen kann, muss ein Faktor bekannt sein, den man **Temperaturkoeffizient α (Alpha)** nennt.

Alpha ist ein Maß für die prozentuale Veränderung der Leitfähigkeit je Kelvin, Einheit [%/K].

3.2.1 Temperaturkompensation bei „höheren“ Leitfähigkeiten

In höheren Leitfähigkeitsmessbereichen (ab ca. 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$) bestimmen die zusätzlichen Inhaltsstoffe im Wesentlichen die Leitfähigkeit und die Temperaturabhängigkeit. Die Eigenleitfähigkeit des Wassers wird durch die Leitfähigkeit und Eigenschaften der anderen Inhaltsstoffe überdeckt.

Typisch für allgemein wässrige Medien ist ein Alphawert zwischen 0 ... 5 %/K. Hier geht man von linearen Zusammenhängen aus.

Um korrekte Messwerte zu erhalten, muss der Messumformer eine Einstellmöglichkeit für Alpha bieten.



Hinweis

Geräte mit fest voreingestelltem Alphawert, wie man sie leider immer noch bei einigen Billiganbietern findet, sollte man heute nicht mehr einsetzen.

Hier werden nur „Hausnummern“ gemessen.

3.2.2 Besonderheit von Reinstwasser

Bei Reinstwasser liegen keine linearen Verhältnisse vor. Der Alphawert kann bis zu 20 %/K betragen. Hier spielt die Eigenleitfähigkeit des Wassers die entscheidende Rolle.

Industrielle Herstellung von Reinstwasser

Bei der industriellen Herstellung von Reinstwasser handelt es sich meist um mehrstufige Aufbereitungsprozesse, welche häufig Umkehrosmose und Ionenaustausch als Aufbereitungsverfahren beinhalten. Dabei werden fast immer Ionen-Austauscher verwendet, welche aus Kationen- und Anionen-Austauscher-Harzen bestehen. Diese Harze geben bei Erschöpfung (d. h. Überladung) zuerst Natrium- und/oder Chlorid-Ionen, also Kochsalz (Natriumchlorid), an das Reinstwasser ab, was in der Temperaturkompensationseinstellung bei JUMO-Geräten berücksichtigt werden kann.

Wirkung von Verunreinigungen

JUMO-Reinstwasser-Messumformer berücksichtigen neben der nichtlinearen Temperaturabhängigkeit des Reinstwassers auch die Wirkung von Verunreinigungen durch Spuren von Säuren (z. B. Salzsäure), Alkalien (z. B. Natronlauge) und Salzen (z. B. Kochsalz); (beschrieben in der ASTM D 1125-95, gültig für JUMO-Geräte der Typen JUMO AQUIS 500 CR, JUMO dTRANS CR 02 und JUMO ecoTRANS Lf 03).

ASTM D 1125-95 und ASTM D 5391-99 (American Society for Testing and Materials)

Diese Organisation legt in ihren standardisierten Prüf- und Analyseverfahren auch Methoden zur Bestimmung der elektrolytischen Leitfähigkeit von Wasser und Reinstwasser fest: (Designation) D 1125-95. In dieser Abhandlung sind die Abhängigkeiten des Reinstwasser-Messwertes von der Temperatur und verschiedenartigen Verunreinigungen angegeben. Formeln für verschiedene Verunreinigungen sind in der Betriebssoftware der JUMO-Messumformer enthalten.

3.2.3 Unkompensierter Betrieb

Unkompensierte Anzeige der Leitfähigkeit

Bei bestimmten Anwendungen kann es notwendig sein, die Leitfähigkeit unkompensiert anzeigen zu lassen (JUMO-Geräte der Typen AQUIS 500 CR, dTRANS CR 02 und ecoTRANS Lf 03 bieten diese Möglichkeit). Dies kann dann der Fall sein, wenn keine der vorgenannten speziellen Kompensationen zum Einsatz kommen kann oder eigene Leitfähigkeitstabellen zum Einsatz kommen sollen.

3 Messtechnik

3.3 USP-Kontakt

USP (United States Pharmacopeia Convention)

Die USP gibt u. a. Regelwerke und Empfehlungen für den Bereich Pharmazie heraus.

Diese Vorgaben bilden einen weltweiten „Quasi-Standard“. Europäische Vorgaben oder Normen lehnen sich häufig an diese Regelwerke an.

Die Veröffentlichung USP Physical test method „water conductivity <645>“ befasst sich mit der Messung der Leitfähigkeit des Reinstwassers.

USP-Kontakt

Mit den Messumformern/Reglern JUMO AQUIS 500 CR, JUMO dTRANS CR 02 und JUMO ecoTRANS Lf 03 ist es möglich, die Qualität des Reinstwassers gemäß der Vorgabe von USP Stage 1 online zu überwachen.

Die USP enthält eine Tabelle, die abhängig von der Temperatur einen Grenzwert für die Leitfähigkeit vorgibt. Bleibt die Leitfähigkeit unterhalb dieses Grenzwertes, erfüllt das Reinstwasser die Anforderungen nach USP.



Hinweis

Bei dieser Überwachung ist es notwendig, dass die Temperaturkompensation ausgeschaltet ist.

Temperatur °C	max. Leitfähigkeit in $\mu\text{S}/\text{cm}$ (unkompensiert)	Temperatur °C	max. Leitfähigkeit in $\mu\text{S}/\text{cm}$ (unkompensiert)
0	0,6	55	2,1
5	0,8	60	2,2
10	0,9	65	2,4
15	1,0	70	2,5
20	1,1	75	2,7
25	1,3	80	2,7
30	1,4	85	2,7
35	1,5	90	2,7
40	1,7	95	2,9
45	1,8	100	3,1
50	1,9		

Tabelle 2: Auszug aus USP

Es ist möglich, entsprechend der beschriebenen Tabelle die Leitfähigkeit unkompensiert überwachen zu lassen. Wird die Leitfähigkeit bei der entsprechenden Temperatur überschritten, schaltet der konfigurierte Kontakt.

Die JUMO-Messumformer bieten serienmäßig folgende zusätzliche Möglichkeit:

Tritt der Fall ein, dass die Prozesstemperatur gerade um einen Umschaltwert herum schwankt, kann man eine Temperaturhysterese aktivieren, mit der man immer auf der sicheren Seite der Überwachung liegt. Im Einzelnen heißt dies, wenn die Temperatur z. B. zwischen 55,5 °C und 54,3 °C schwankt, hat der überwachte Grenzwert von 1,9 $\mu\text{S}/\text{cm}$ durchgehend Gültigkeit (Temperaturhysterese hier 1 K, um den Umschaltzeitpunkt für vom niedrigeren Leitwert zum höheren Leitwert um 1 K heraufzulegen). Durch diese Maßnahme kann ein Schwingen der Anlage verhindert werden (z. B. höhere Anlagensicherheit, Kostenreduzierung).

3.4 Ph. Eur.-Grenzwerte

Im Europäischen Arzneibuch (Ph. Eur.) wird ein größerer Toleranzbereich für die Leitfähigkeit von gereinigtem Wasser („purified water“) zugelassen, als im USP. Erlaubt sind maximal 4,3 $\mu\text{S}/\text{cm}$ bei 20 °C (USP lässt zum Vergleich bei purified water nur 1,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ bei 20 °C als oberen Grenzwert für die Leitfähigkeit zu).

Temperatur °C	Leitfähigkeit in $\mu\text{S}/\text{cm}$	Temperatur °C	Leitfähigkeit in $\mu\text{S}/\text{cm}$
0	2,4	60	8,1
10	3,6	70	9,1
20	4,3	75	9,7
25	5,1	80	9,7
30	5,4	90	9,7
40	6,5	100	10,2
50	7,1		

Tabelle 3: Ph. Eur.-Grenzwerte

Bei Wasser für Injektionszwecke („water for injection“, WFI) und auch bei „Hochgereinigtem Wasser“ („highly purified water“, HPW) sind die Anforderungen höher. Hier lässt das Ph. Eur., wie auch USP, maximal 1,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ bei 20 °C zu.

	Wasserqualität gemäß Tabelle	JUMO AQUIS 500 CR	JUMO dTRANS Lf 01	JUMO ecoTRANS Lf 03
PW (USP)	1 (Seite 12)	ja	ja	ja
HPW (Ph. Eur.)	1	ja	ja	ja
WFI (Ph. Eur.)	1	ja	ja	ja
WFI (USP)	1	ja	ja	ja
PW (Ph. Eur.)	2 (Seite 13)	ja	ja	nein

Tabelle 4: Der Anwender von JUMO-Geräten kann o. a. Wasserqualitäten wählen

PW	„purified Water“	WFI	„water for injection“, „Wasser für Injektionszwecke“, „Aqua ad iniectabilia“
HPW	„highly purified water“, „Hochgereinigtes Wasser“, „Aqua valde purificata“		

3 Messtechnik

3.5 Sensoren



Abbildung 6: JUMO tecLine CR - Konduktive Leitfähigkeitssensoren in Edelstahl- bzw. Titanausführung

Bei der Reinstwasser-Messung kommen konduktive Zwei-Elektrodensensoren zum Einsatz. Hier sind die beiden Elektroden des Sensors konzentrisch angeordnet, wobei die äußere die innere Elektrode abschirmt.

4

3.6 Leitungsmaterial/Anschlusskabel

Aufgrund der modernen und präzisen Messumformer sind nur noch wenige Punkte bei der Wahl des Leitungsmaterials zu berücksichtigen, wie z. B.

- als Leitungsmaterial kommt eine abgeschirmte Steuerleitung zum Einsatz
- Leitungslängen bis ca. 50 m (abhängig von den Umgebungsbedingungen) stellen für moderne Messumformer, wie die JUMO-Geräte JUMO AQUIS 500 CR, JUMO dTRANS Lf 01 und JUMO ecoTRANS CR 02, kein Problem dar
- die Kabelführung sollte stets direkt sein, d. h. Klemmdosen, nachträgliche Kabelverlängerungen oder Zwischenstecker sollten vermieden werden

Geeigneter JUMO-Typ: 2990-9 (Längenangabe) - 0

4.1 Anwendungsgebiete

Reines Wasser wird in den unterschiedlichsten Produktionsprozessen benötigt, z. B.

- in der Halbleiterfertigung
- bei der Herstellung von Arzneimitteln, Lebensmitteln und Kosmetik
- zur Versorgung von Dampferzeugern
- in der optischen und chemischen Industrie und
- in anderen Prozessen, bei denen es auf hohe bzw. höchste Qualität (Reinheit) des verwendeten Wassers ankommt

4.2 Herstellung

Zur Herstellung von Reinstwasser kommen im Allgemeinen Ionentauscher- und Umkehr-Osmoseanlagen zum Einsatz. Je nach den Anforderungen, die an das Reinstwasser gestellt werden, müssen noch verschiedene Aufbereitungsschritte vor- bzw. nachgeschaltet werden [1].

4.3 Anlagenbeispiel

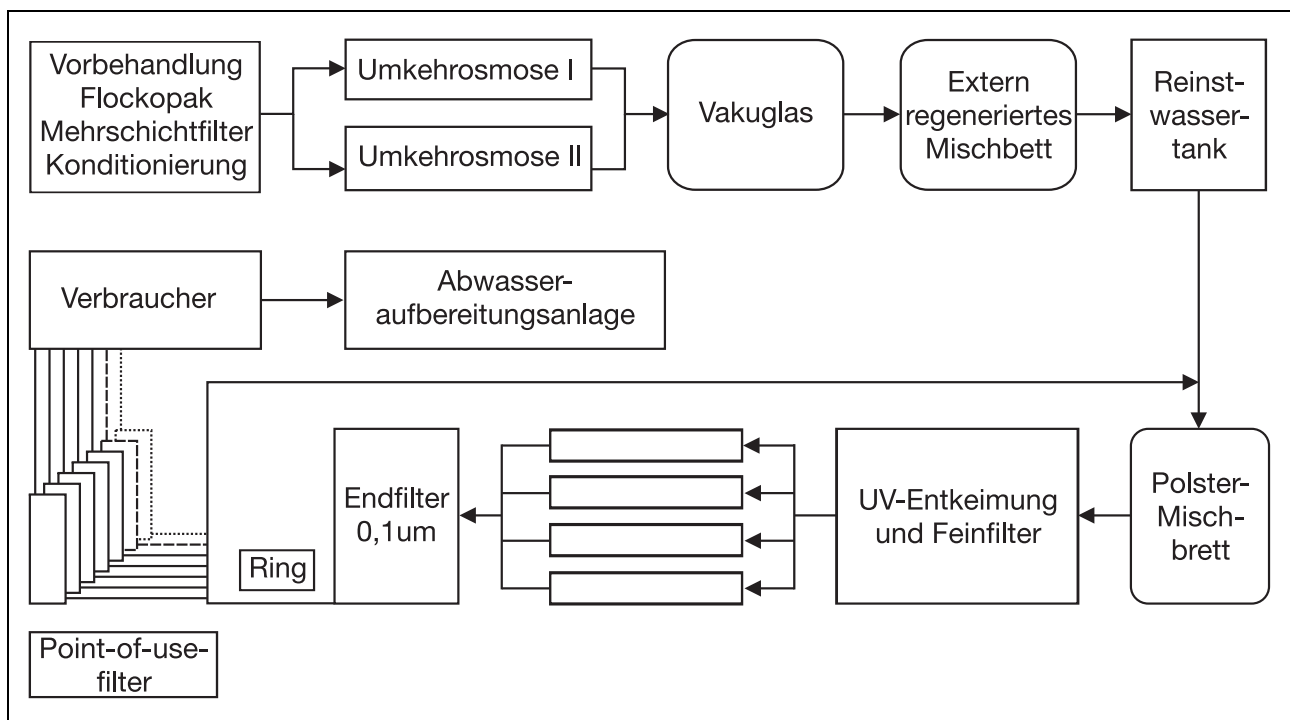


Abbildung 7: Reinstwasseraufbereitung mit kombinierter Abwasserbehandlung [1]

4 Anwendungen

4.4 Besonderheiten im Umgang mit Reinstwasser

- das Reinstwasser muss zur Sicherstellung der geforderten Wasserqualität ständig in Bewegung sein
- das Gesamtsystem muss weitestgehend tottraumfrei sein
- der Messwert kann (je nach Anlage) abhängig von der Auströmung sein. Das ist bei der Auslegung der Einbaustelle zu beachten
- Reinstwasser greift CrNi-Stahl an;
Korrosionsabtrag von 0,01 bis 0,05 $\mu\text{m}/\text{Jahr}$.;
Eventuell Titan vorsehen
- Änderung der Leitfähigkeit und des pH-Wertes, wenn Reinstwasser 24 Stunden der Umgebungsluft ausgesetzt wird

Leitfähigkeitsanstieg	von 0,05 $\mu\text{S}/\text{cm}$ auf 3 bis 4 $\mu\text{S}/\text{cm}$!
pH-Wert-Absenkung	von pH 7 auf pH 5,5 bis 5,2!

Diese Änderungen werden durch die Bildung von Hydrogencarbonat-Ionen, die durch die Aufnahme von Kohlendioxid CO_2 aus der Luft entstehen, hervorgerufen.

5.1 Qualitätssicherung bei der Messumformer-Fertigung

JUMO ist zertifiziert nach ISO 9001.

Alle JUMO-Prüfmittel und -geräte sind auf nationale und internationale Normale rückführbar.

Modernste Fertigungsmethoden

Die Messumformer basieren weitestgehend auf SMD-bestückten Baugruppen, die auf automatisierten Fertigungsstraßen produziert werden. Durch diese Vorgehensweise wird ein hohes Maß an gleichbleibender Qualität gewährleistet.

Der Abgleich der Messumformer geschieht auf elektrischem Weg mit Präzisionswiderständen.

Die JUMO-Reinstwassermessumformer sind in modernster Mikroprozessortechnik aufgebaut.

Anforderungen nach USP	erfüllt JUMO?
Messgerätekalibrierung mittels rückführbarer Präzisionswiderstände	ja
Messwertauflösung besser 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$	ja
Genauigkeit des Messgerätes besser 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$	ja
automatische Temperaturkompensation im Messumformer	ja
Referenztemperatur des Messgerätes muss 25 °C betragen	ja
Genauigkeit der Temperaturmessung besser als ± 2 °C	ja

Tabelle 5: Anforderungen nach „USP“ (water conductivity <645>) an die Messumformer bzw. den werkseitigen Messumformerabgleich

Die JUMO-Messumformer übertreffen die gestellten Mindestforderungen in den meisten Punkten!

5 Qualitätssicherung

5.2 Prüfzeugnisse

Grundsätzliches

Der Einsatz von Messtechnik in Bereichen der Qualitätssicherung oder der Pharmazie rufen vermehrt eine Unsicherheit des Anlagenbetreibers hinsichtlich benötigter „Zertifikate“ hervor.

Kein Prüfzeugnis macht eine Messung „genauer“ oder „zuverlässiger“. Prüfzeugnisse sind grundsätzlich nur Qualitätsbescheinigungen zum Prüfzeitpunkt. Durch die Zertifizierung nach ISO 9001 ist eine grundlegende Qualitätssicherung gegeben, d. h. die technischen Daten nach Datenblättern müssen vom Lieferanten eingehalten werden.

Vor der Anforderung von zusätzlichen Zeugnissen, die dann doch nur abgelegt und nicht mehr benötigt werden, sollte man sich also darüber im Klaren sein, was wirklich benötigt wird. Da einige Zeugnisse Aufpreise kosten und eventuell die Lieferzeiten verlängern, sollte dies umso mehr beachtet werden.

5.2.1 Prüfzeugnisse für Messumformer

Die Messumformer können mit folgenden Prüfzeugnissen (nach EN 10204/DIN 50049) geliefert werden:

- Werksbescheinigung 2.1 – kostenlos
- Werkszeugnis 2.2 – Kosten nach Aufwand
- Abnahmeprüfzeugnis 3.1 – Kosten nach Aufwand
(3.1-Zeugnisse sind Materialprüfzeugnisse, bei Messumformern i. d. R. nicht notwendig)

5.2.2 Zellenkonstante

Der in Kapitel 2.2 „*Bestandteile einer Messkette*“ beschriebene geometrische Faktor **Zellenkonstante K** spielt insbesondere bei der Reinstwassermesstechnik eine wichtige Rolle.

Produktionsbedingt unterliegen die Zellenkonstanten handelsüblicher Zellen Abweichungen von bis zu $\pm 10\%$. Dies erscheint nur bei erster Betrachtung sehr ungenau zu sein - ein falsch eingestellter Temperaturkoeffizient kann wesentlich größere Messfehler zur Folge haben.

Nach USP muss die Zellenkonstante auf $\pm 2\%$ genau bekannt sein. JUMO-Sensoren können mit einem ASTM-Prüfzeugnis, in dem die genaue Zellenkonstante bescheinigt wird, geliefert werden.

Zur individuellen Kalibrierung der Leitfähigkeitssensoren bieten moderne Messumformer umfangreiche Möglichkeiten (z. B. automatische Bestimmung der Zellenkonstanten, Kalibrieren mit Prüflösungen). Damit werden Temperatur, Temperaturkoeffizient und Zellenkonstante berücksichtigt.

Besonderheit Reinstwasser

Durch die ASTM-Temperaturkompensation (Kapitel 3.2.2 „*Besonderheit von Reinstwasser*“) entfällt der mögliche Messfehler durch einen falsch eingestellten Temperaturkoeffizienten. Hier überwiegt der Einfluss des Messfehlers aufgrund nicht exakter Zellenkonstanten.

Auch Reinstwassersensoren können o. g. Abweichungen von ihrer nominellen Zellenkonstanten $K = 0,01$ haben.

Leider gibt es keine praktisch verwendbaren Prüf- oder Kalibrierflüssigkeiten für den Reinstwasserbereich, d. h. unter $10\ \mu\text{S}/\text{cm}$. Flüssigkeiten mit solchen Leitfähigkeitswerten liefern keine stabilen Referenzwerte, da sie sofort Kohlendioxid aus der Luft aufnehmen und sich dadurch verändern.

Reinstwasser-Messkette vorbereiten

Es ist daher erforderlich, dass man Reinstwassersensoren mit einer exakt vermessenen Zellenkonstante einsetzt. Bei solchen Sensoren hat der Hersteller ein Prüfzeugnis, z. B. das sogenannte „ASTM-Prüfzeugnis“ erstellt, in dem die Zellenkonstante auf mehrere Kommastellen genau einge-

tragen wurde. Bei der Inbetriebnahme der Messstelle muss nur noch diese exakte Zellenkonstante in den Messumformer einprogrammiert werden; danach ist der Sensor messbereit.

Regelwerke

Die Vorgehensweise bei der werkseitigen Bestimmung der exakten Zellenkonstante ist in einem Regelwerk der ASTM festgelegt worden. Europäische Regelungen gibt es noch nicht.

5.2.3 Vorgehensweise der Hersteller zur werkseitigen Bestimmung der Zellenkonstante gemäß ASTM D 5391-99 sowie ASTM D 1125-95

Die Zellenkonstante wird durch eine Vergleichsmessung bestimmt. Die verwendete Flüssigkeit hat hierbei eine Leitfähigkeit im Bereich von 5 bis 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Die ASTM D 5391-99 geht davon aus, dass die in diesem Leitfähigkeitsbereich bestimmte Zellenkonstante auch bei kleineren Leitfähigkeiten (Reinstwasserbereich) Gültigkeit hat.

Aufbau

Der Aufbau besteht aus einem Reinstwasser-Kreislauf, einer Leitfähigkeits-Referenzmessung und des zu vermessenden Sensors. Diese ist an einen Labor-Leitfähigkeitsmessumformer angeschlossen. Nachdem sich ein stabiler Leitwert eingestellt hat (kontrolliert durch die Leitfähigkeits-Referenzmessung, die unkompensiert durchgeführt wird), wird mit dem Labor-Leitfähigkeitsmessumformer die Zellenkonstante des zu vermessenden Leitfähigkeitssensors bestimmt. In der USP (water conductivity <645>) wird eine Genauigkeit der bestimmten Zellenkonstante von $\pm 2\%$ gefordert.

Diese Anforderung wird bei JUMO erfüllt.

Messergebnis

Das Messergebnis wird mit den relevanten Daten in das entsprechende Prüfprotokoll eingetragen. Die verwendeten Prüfmittel und -geräte sind auf nationale und internationale Normale rückführbar.

5.2.4 Materialien und Prozessanschlüsse

Die für den Reinstwassersensor verwendeten Materialien richten sich nach den Anforderungen des Einsatzfalles bzw. nach den vorliegenden Gegebenheiten am Messort. Gleiches gilt für den Prozessanschluss des Sensors.

Entscheidend bei der Auswahl sind u. a. folgende Gesichtspunkte:

- Prozessdruck
- Temperatur des Mediums
- Material der Verrohrung, in die die Messstelle eingebaut werden soll
- hygienische Anforderungen

Als Standardmaterial für die Sensoren findet man Edelstähle, z. B. 1.4435; AISI316L oder DIN 1.4571. Für ultrareine Wässer empfiehlt sich Titan als Material für die Elektroden.

Bei den Prozessanschlüssen ist JUMO ebenfalls variabel:

- Einschraubgewinde nach DIN oder NPT in verschiedenen Größen
- (Tri-) Clamp
- Milchkegel
- nach Kundenwunsch

Für besonders hygienische Anforderungen stehen Ausführungen komplett in poliertem Edelstahl mit einer Oberflächenrauigkeit $< 0,8 \mu$ zur Verfügung.

5 Qualitätssicherung

5.2.5 Qualitätssicherung bei der Sensorfertigung

JUMO ist zertifiziert nach ISO 9001.

Alle JUMO-Prüfmittel und -geräte sind auf nationale und internationale Normale rückführbar.

JUMO verfügt über eine hohe Fertigungstiefe, d. h. bereits die Rohteile der Sensoren werden im eigenen Haus auf modernsten CNC-Maschinen gefertigt. Dadurch ist eine hohe, gleichbleibende Qualität sichergestellt. Da alle Sensoren einer Einzelstückprüfung unterworfen sind, ist ein größtmögliches Maß an Qualität gewährleistet.

Ein JUMO-Reinstwassersensor zum Einsatz in sensiblen Bereichen wie Lebensmitteltechnik oder Pharmazie erfüllt natürlich alle Anforderungen des Marktes bzw. maßgeblicher Organisationen:

- USP Angabe der Zellenkonstante mit einer Genauigkeit von ± 2 %
- Material nach EHEDG (**E**uropean **H**ygienic **E**quipment **D**esign **G**roup):
u. a. DIN-Nr. 1.4404, DIN-Nr. 1.4435, AISI316L, DIN-Nr. 1.4571
- Oberflächenrauigkeit nach EHEDG (**E**uropean **H**ygienic **E**quipment **D**esign **G**roup):
 $R_a \leq 0,8 \mu\text{m}$
- Dichtungs- und Körpermaterialien FDA (**F**ood and **D**rug **A**dministration (amerikanische „Lebensmittelbehörde“) bzw. BGA (**B**undesgesundheitsamt (alte Bezeichnung)) zugelassen: u. a. EPDM, PVDF

Alle aufgeführten Punkte werden von JUMO-Leitfähigkeitssensoren erfüllt.

5.2.6 Prüfzeugnisse

Grundsätzliche Anmerkungen zu Prüfzeugnissen siehe Kapitel 5.2 „*Prüfzeugnisse*“.

Prüfzeugnisse für Sensoren

Insbesondere für Sensoren können folgende Prüfzeugnisse angefordert werden (Werksbescheinigungen und Abnahmeprüfzeugnisse nach EN 10204/DIN 50049):

- ASTM-Prüfzeugnis – Aufpreis nach aktueller Preisliste „Exakt vermessene Zellenkonstante“
- Werksbescheinigung 2.1 – kostenlos
- Werkszeugnis 2.2 – Kosten nach Aufwand
- Abnahmeprüfzeugnis 3.1 – Kosten nach Aufwand
(z. B. Materialbestätigung Edelstahl 1.4571, Bestätigung der Rauigkeit o. ä.)
- FDA-Bestätigung: Verwendete Kunststoffe (Isolator und O-Ringe) sind FDA-gelistet

5.3 Prüfmöglichkeiten vor Ort

Immer wieder wird dem Hersteller von Mess- und Regeltechnik die Frage nach der Messsicherheit bei Dauermessung gestellt. Insbesondere bei Reinstwasser sind Vergleichsmessungen oft nur über Laboranalysen möglich.

Größere Abweichungen des Messwertes können in der Regel nicht durch eine Neubestimmung/Anpassung der Zellenkonstanten behoben werden.

Hier sind die Ursachen mehr im Bereich EMV zu finden (siehe auch Kapitel 2.3.6 „Empfehlung für die Messung gemäß ASTM D5391-99“).

Folgende Möglichkeiten stehen dem Anlagenbetreiber vor Ort zur Verfügung:

5.3.1 Überprüfung des Messumformers

Der Messumformer kann mit Präzisionswiderständen überprüft werden. Hier ist jedoch davon auszugehen, dass der Messumformer (unter normalen Umständen) seine abgeglichene Genauigkeit nicht verloren hat (siehe auch unter „Leitfähigkeitmessung, Konzentration, TDS“ im Kapitel 5.5 „Prüfmöglichkeiten vor Ort“).

5.3.2 Neubestimmung der Zellenkonstanten

Siehe Kapitel 5.3.5 „Bestimmung beim Hersteller (empfohlen)“

Da die Sensoren dem Messmedium und den darin enthaltenen Inhaltsstoffen ausgesetzt sind, ist es sinnvoll, sie in regelmäßigen Abständen zu überprüfen (Bestimmung der Zellenkonstanten).

5.3.3 Überprüfungsintervalle

Die Festlegung der Überprüfungsintervalle obliegt dem Anlagenbetreiber oder aber gesetzlichen Bestimmungen. Bei diesem Vorgang wird der Messumformer auf die neue (veränderte) Zellenkonstante abgestimmt.

5.3.4 Vergleichsmessung

Durch eine Vergleichsmessung mit einem Referenzgerät kann die Zellenkonstante der Reinstwassersensoren neu bestimmt werden.

Hier ist darauf zu achten, dass bei beiden Messgeräten (JUMO- und Referenzgerät) die Temperaturkompensation ausgeschaltet ist, d. h. der Temperaturkoeffizient auf 0 %/K steht.

5.3.5 Bestimmung beim Hersteller (empfohlen)

Sind beim Anwender keine entsprechenden Mess- und Prüfmittel vorhanden, kann die Zellenkonstante des Sensors auch beim Hersteller (JUMO) neu bestimmt werden.

Hier kann es angebracht sein, einen zweiten ausgemessenen Leitfähigkeitssensor vor Ort zu haben, um Stillstandszeiten zu vermeiden.

5 Qualitätssicherung

6.1 Normen, Arzneibücher, Richtlinien

6.1.1 ASTM-Standards

- ASTM D 1125
Standard Test Methods for Electrical Conductivity and Resistivity of Water
- ASTM D 1129
Terminology Relating to Water
- ASTM D 1193
Standard Specification for Reagent Water
- ASTM D 1293
Standard Test Methods for pH of Water
- ASTM D 2777
Standard Practice for Determination of Precision and Bias of Applicable Test Methods of Committee Dd-19 on Water
- ASTM D 3370
Standard Practices for Sampling Water from Closed Conduits
- ASTM D 3864
Standard Guide for Continual On-Line Monitoring Systems for Water Analysis
- ASTM D 4453
Standard Practice for Handling of High Purity Water Samples
- ASTM D 4519
Standard Test Method for On-Line Determination of Anions and Carbon Dioxide in High Purity Water by Cation Exchange and Degassed Cation Conductivity
- ASTM D 5127
Standard Guide for Ultra Pure Water Used in the Electronics and Semiconductor Industry
- ASTM D 5128
Standard Test Method for On-Line pH Measurement of Water of Low Conductivity
- ASTM D 5391
Standard Test Method for Electrical Conductivity and Resistivity of a Flowing High Purity Water Sample
- ASTM D 5464
Standard Test Method for pH Measurement of Water of Low Conductivity
- ASTM D 6569
Standard Test Method for On-Line Measurement of pH
- ASTM E70
Standard Test Method for pH of Aqueous Solutions With the Glas Electrode

6 Quellenangabe

TOC

- ASTM D 4839
Standard Test Method for Total Carbon and Organic Carbon in Water by Ultraviolet, or Persulfate Oxidation, or Both, and Infrared Detection
- ASTM D 5173
Standard Test Method for On-line Monitoring of Carbon Compounds in Water by Chemical Oxidation, by UV Light Oxidation, by Both or by High Temperature Combustion Followed by Gas Phase NDIR or by Electrolytic Conductivity
- ASTM D 5997
Standard Test Method for On-Line Monitoring of Total Carbon, Inorganic Carbon in Water by Ultraviolet, Persulfate Oxidation, and Membrane Conductivity Detection
- ASTM D 6317
Standard Test Method for Low Level Determination of Total Carbon, Inorganic Carbon and Organic Carbon in Water by Ultraviolet, Persulfate Oxidation, and Membrane Conductivity Detection

6.1.2 Arzneibücher

Ph. EUR.

Methoden:

- 2.2.3 – pH-Wert – Potenziometrische Methode
- 2.2.44 – Gesamter organischer Kohlenstoff in Wasser zum pharmazeutischen Gebrauch

Monographien:

- Gereinigtes Wasser
- Hochgereinigtes Wasser
- Wasser für Injektionszwecke

USP

Physical Tests

- <643> – Total Organic Carbon
- <645> – Water Conductivity

Official Monographs:

- Water for Injection
- Bacteriostatic Water for Injection
- Sterile Water for Inhalation
- Sterile Water for Injection
- Sterile Water for Irrigation
- Purified Water
- Sterile Purified Water

6.1.3 VDI-Richtlinien

- VDI 2083 Blatt 13.1 Reinraumtechnik - Qualität, Erzeugung und Verteilung von Reinstwasser – Grundlagen
- VDI 2083 Blatt 13.2 Reinraumtechnik - Qualität, Erzeugung und Verteilung von Reinstwasser – Mikroelektronik und andere technische Anwendungen
- VDI 3870 Blatt 10 Messen von Regeninhaltsstoffen – Messen des pH-Wertes in Regenwasser

6.1.4 DIN-/ISO-/EN-Normen

- DIN ISO 3696 (ISO 3696) Wasser für analytische Zwecke, Anforderungen und Prüfungen
- DIN EN 1484 Wasseranalytik – Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)
- DIN EN 27888 Wasserbeschaffenheit – Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit (= ISO 7888)
- ISO 8245 Wasserbeschaffenheit – Anleitung zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)
- ISO 10523 Wasserbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
- DIN 19260 pH-Messung – Allgemeine Begriffe
- DIN 19261 pH-Messung – Messverfahren mit Verwendung potentiometrischer Zellen – Begriffe
- DIN 19262 Steckbuchse und Stecker geschirmt für pH-Elektroden
- DIN 19263 (Entwurf) pH-Messung – pH-Messketten
- DIN 19265 pH-/Redox-Messung – pH-/Redox-Messumformer-Anforderungen
- DIN 19266 pH-Messung – Referenzpufferlösungen zur Kalibrierung von pH-Messeinrichtungen
- DIN 19267 pH-Messung; Technische Pufferlösungen, vorzugsweise zur Eichung von technischen pH-Meßanlagen
- DIN 19268 (Entwurf) pH-Messung von wässrigen Lösungen mit pH-Messketten, mit pH-Glaselektroden und Abschätzung der Messunsicherheit
- DIN 38404-5 Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C); Bestimmung des pH-Wertes (C5)
- EHEDG, 1995

6 Quellenangabe

6.2 Literatur

- [1] K. Marquardt, Rein- und Reinstwasseraufbereitung, Expert Verlag, Renningen Malsheim 1994
- [2] H. Galster, pH-Messung, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim 1990
- [3] P. Henderson, Z. Phys. Chemie 59, 118 – 127 (1907)
- [4] H. Galster, VGB Kraftwerkstechnik 59, 885 – 889 (1979)

7.1 Beispiel eines Prüfprotokolls für die Sensoren

JUMO GmbH & Co
Moritz-Juchheim-Straße 1
36039 Fulda, Germany

Telefon: 0661 6003 0
E-Mail: mail@jumo.net
Internet: www.jumo.net



Prüfprotokoll / test report / Certificat d'essai

1. Prüfgegenstand / Test instrument /

Pièce à tester

Leitfähigkeitsmesszelle / conductivity cell / Cellule de mesure de conductivité :	202924/10-0010-1003-613-37-88-26				
max. Druck / max. pressure / Pression max. :	siehe Typenblatt				
max. Temperatur / max. temperature / Température max. :	siehe Typenblatt				
Körpermaterial / material / Matériau :	PVDF				
Elektrodenmaterial / electrode material / Matériau de l'électrode:	1.4571				
Typenblatt / data sheet / Fiche technique :	20.2924				
Auftraggeber/ Besteller / customer / Committant :	Jumo GmbH & Co KG Moritz-Juchheim-Straße 1 D 36039 Fulda				
Best.Nr. / order-no. / N° de commande :					
Komm-Nr.: comm-no.:	Teile-Nr.: part-no.:	00522454	Fabr.-Nr.: fabr.-no.:	0164718701012030010	
N° comm.:	N° d'article :		N° fab. :		

2. Prüfverfahren / Test procedure / Méthode d'essai

Die Zellenkonstante der Zwei-Elektroden-Leitfähigkeitsmesszelle wird in Anlehnung an ASTM D1125-95 und ASTM D 5391-99 durch Vergleichsmessung ermittelt.

The cell constant of the 2-electrode conductivity cell is determined with the help of ASTM D 1125-95 and ASTM D 5391-99 by comparison measurement.
La constante cellulaire de la cellule de mesure à 2 électrodes est définie par mesure comparative selon ASTM-D1125-95 et ASTM D 5391-99

Die Leitfähigkeit der Prüflösung beträgt:

The conductivity of the test liquid is:
La conductivité de la solution d'essai est de :

7,30 $\mu\text{S}/\text{cm}$

3. Messergebnisse / Measuring results / Résultats de la mesure

Messwerte zum Zeitpunkt der Auslieferung./ Measuring values at the moment of delivery / Valeurs mesurées au moment de la livraison.

Zellenkonstante:
Cell constant.
Constante cellulaire

K = 0,0916 1/cm

Am Messumformer als relative Zellenkonstante einzugebender Wert:

You have to input the following relative cell constant to the transmitter:
Valeur à saisir au niveau du convertisseur de mesure comme constante cellulaire relative :

91,6 %

4. Messunsicherheit / Measuring uncertainty / Incertitude de mesure

Die Messunsicherheit liegt innerhalb der von USP25 vorgegebenen Toleranzen von +/- 2%.

The measuring uncertainty is within the tolerances of +/- 2% cited in the USP25.
L'incertitude de mesure se situe à l'intérieur des tolérances de +/- 2% spécifiées par USP25

5. Prüfmittel und -geräte / Testing methods and -instruments / Instruments et méthodes d'étalonnage

Die Prüfmittel und -geräte sind auf nationale bzw. internationale Normale rückführbar.

The test methods and -instruments can be traced back to national or international normals.
La méthode d'étalonnage se fait selon les normes nationales et internationales. Les instruments sont raccordés aux étalons nationaux et internationaux.

Prüfmittel:	Kalibriert mit:
Knick Konduktometer Typ: 703 KN: 1436	Normalwiderstände Typ: Burster

Datum / date / Date 25.1.2012

Prüfer / signat. / Vérificateur _____

7 Anhang

7.2 Beispiele für Prüfprotokolle von Messumformern

JUMO GmbH & Co. KG
Moritz-Juchheim-Straße 1
36039 Fulda, Germany

Telefon: +49 661 6003-0
E-Mail: mail@jumo.net
Internet: www.jumo.net



Calibration Certificate

Device:	dTRANS CR 02	F-Nr.:	0165108901012040001
TN:	00576664	Type:	202552/01-8-01-2-2-04-25/000
SW-Version:	268.01.02-000	Tester ID:	0126
Date of calibration:	24.01.2012	Test system:	KAL7.4

Measurement Results:

Range:	Actual value:	Test value:	Unit:	Status:
Analog Input 1 [0,1..30kOhm]	4.979,0	5.000,0	Ω	ok
Analog Input 1 [0,1..4kOhm]	2.003,4	2.000,0	Ω	ok
Analog Input 1 [0..10V]	5,0	5,0	V	ok
Analog Input 1 [0..20mA]	10,0	10,0	mA	ok
Analog Input 1 [PT100]	100,0	100,0	Ω	ok
Analog Input 1 [PT1000]	999	1.000	Ω	ok
Analog Output 3 [0..10V]	5,0	5,0	V	ok
Analog Output 3 [0..20mA]	10,0	10,0	mA	ok
Range CR 1	10,01	10,00	μS	ok
Range CR 2	50,03	50,00	μS	ok
Range CR 3	500,1	500,0	μS	ok
Range CR 4	2.004	2.000	μS	ok
Range CR 5	20,11	20,00	mS	ok
Range CR 6	199,9	200,0	mS	ok
Range CR 7	2.042	2.000	S	ok

Test Results:

Keyboard:	ok	Conductivity:	ok
Relays:	ok	Option1:	ok
Display:	ok	Option2:	ok
Vol.supply transm.:	ok	Option3:	ok
BinIn:	ok		

Test instruments:		Calibrated with:
DC-Source:	Krohn-Hite Model 523	FLUKE 8508A Reference Multimeter
RTD Simulator:	MEATEST M-612	DKD-K-00902 Pruef-Nr.: 17401
Current- Voltage measuring instrument:	Agilent Technologies 34970A	FLUKE 732 DC REFERENCE STANDARD DKD-K-01901 Pruef-Nr.: 4846
All JUMO products feature a constant manufacturing control system. Adjustment and control is effected with measuring devices and systems based on the regulations of national and international norms and standards.		

JUMO GmbH & Co. KG
Moltkestraße 13 - 31
36039 Fulda, Germany

Telefon: +49 661 6003-0
E-Mail: mail@jumo.net
Internet : www.jumo.net



Calibration Certificate

Device:	AQUIS 500 CR	F-Nr.:	0130062301009020006
TN:	00501751	Type:	R+202565/20-888-888-000-000-25/000
SW-Version:	212.02.03	Tester ID:	7402
Date of calibration:	05.01.2009	Test system:	KAL7.4
		Adaptor No.:	45/46/47

Measurement Results:

Range:	Actual value:	Test value:	Unit:	Status:
Analog output 1 [0 .. 10 V]	5,00	5,00	V	ok
Analog output 1 [0/4 .. 20 mA]	10,00	10,00	mA	ok
Analog output 2 [0 .. 10 V]	5,00	5,00	V	ok
Analog output 2 [0/4 .. 20 mA]	10,00	10,00	mA	ok
Temperature range PTC/NTC	3.004	3.000	Ω	ok
Temperature range PT 100	149,9	150,0	Ω	ok
Temperature range PT 1000	1.500	1.500	Ω	ok
MP 1	9,986	10,00	μS	ok
MP 2	49,99	50,00	μS	ok
MP 3	500,0	500,0	μS	ok
MP 4	2.000	2.000	μS	ok
MP 5	20,13	20,00	mS	ok
MP 6	198,7	200,0	mS	ok
MP 7	1.998	2.000	mS	ok

Test Results:

Keyboard: ok
Relays: ---
Display: ok
Supply for ISFE¹ ok

Test instruments:		Calibrated with:
DC-Source:	Krohn-Hite Model 523	FLUKE 8508A Reference Multimeter
RTD Simulator:	MEATEST M-612	DKD-K-00902 Pruef-Nr.: 17401
Current- Voltage measuring instrument:	Agilent Technologies 34970A	FLUKE 732 DC REFERENCE STANDARD DKD-K-01901 Pruef-Nr.: 4846
All JUMO products feature a constant manufacturing control system. Adjustment and control is effected with measuring devices and systems based on the regulations of national and international norms and standards.		

Fachliteratur von JUMO – Lehrreiches für Einsteiger und Praktiker

Nicht nur bei der Herstellung von JUMO-Produkten, auch beim späteren Einsatz ist Know-How gefragt. Deshalb bieten wir unseren Anwendern von uns erstellte Publikationen zu Themen der Mess- und Regelungstechnik an.

Die Publikationen sollen Einsteigern und Praktikern die unterschiedlichsten Anwendungsgebiete schrittweise näher bringen. Hierbei werden überwiegend allgemeine Themenbereiche, zum Teil aber auch JUMO-spezifische Anwendungen, erläutert.

Zusätzlich zur JUMO-Fachliteratur, bieten wir Ihnen neben unseren Software-Downloads die Möglichkeit der direkten Online-Bestellung von Prospekten und CD-ROM-Katalogen.



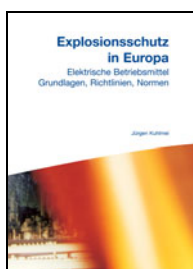
Elektrische Temperaturmessung mit Thermoelementen und Widerstandsthermometern *Matthias Nau*

FAS 146
Teile-Nr.: 00074750
ISBN: 978-3-935742-06-1
kostenfrei



Regelungstechnik Grundlagen für den Praktiker *Manfred Schleicher*

FAS 525
Teile-Nr.: 00314836
ISBN: 978-3-935742-00-9
kostenfrei



Explosionsschutz in Europa Elektrische Betriebsmittel Grundlagen, Richtlinien, Normen *Jürgen Kuhlmei*

FAS 547
Teile-Nr.: 00324966
ISBN: 978-3-935742-08-5
kostenfrei



Reinstwassermessung *Reinhard Manns*

FAS 614
Teile-Nr.: 00369643
kostenfrei



Messung der Redoxspannung *Ulrich Braun*

FAS 615
Teile-Nr.: 00373848
kostenfrei



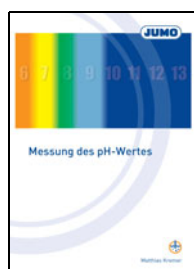
Amperometrische Messung von freiem Chlor, Chlordioxid und Ozon *Dr. Jürgen Schleicher*

FAS 619
Teile-Nr.: 00394969
kostenfrei



Thyristor-Leistungssteller Grundlagen und Tipps für den Praktiker *Manfred Schleicher, Winfried Schneider*

FAS 620
Teile-Nr.: 00398728
ISBN: 978-3-935742-04-7
kostenfrei



Messung des pH-Wertes *Matthias Kremer*

FAS 622
Teile-Nr.: 00403231
kostenfrei

Fachliteratur von JUMO – Lehrreiches für Einsteiger und Praktiker



Leitfähigkeitsmessung, Konzentration, TDS *Reinhard Manns*

FAS 624
Teile-Nr.: 00411335
kostenfrei



Messunsicherheit einer Temperaturmesskette mit Beispielrechnungen *Gerd Scheller, Stefan Krummeck*

FAS 625
Teile-Nr.: 00413510
ISBN: 978-3-935742-12-2
kostenfrei



Messung von Wasserstoffperoxid/ Peressigsäure *Dr. Jürgen Schleicher*

FAS 628
Teile-Nr.: 00420695
kostenfrei



Funktionale Sicherheit SIL *Dr. Thomas Reus Matthias Garbsch*

FAS 630
Teile-Nr.: 00463374
kostenfrei



Messung von Ammoniak *Dr. Jürgen Schleicher*

FAS 631
Teile-Nr.: 00481786
kostenfrei



Analysemesstechnik in flüssigen Medien Ein Handbuch für Praktiker *Dr. Öznur Brandt, Ulrich Braun, Matthias Kremer, Reinhard Manns, Dr. Jürgen Schleicher*

FAS 637
Teile-Nr.: 00526103
ISBN: 978-3-935742-16-0
kostenfrei

Besuchen Sie unsere Website auf www.jumo.net und überzeugen Sie sich von der umfangreichen Produktpalette für die verschiedensten Einsatzgebiete. Dort finden Sie weitere Informationen und die richtigen Ansprechpartner für Ihre Wünsche, Fragen, Anregungen und Bestellungen.



More than **sensors + automation**

www.jumo.net