

## Optische reagenzienfreie Messung von CSB, Nitrat, Nitrit mit photoLab<sup>®</sup> 7600

Die Online-Messung ins Labor gebracht

# Optische Reagenzienfreie Messung von CSB, Nitrat und Nitrit mit photoLab® 7600 UV-VIS

WTW ONLINE-VERFAHREN INS LABOR GEBRACHT



# Alles in einem – eines für alles

## photoLab® 7600 UV-VIS:

- Routineanalytik:  
Testsätze mit programmierten Methoden für Standardparameter
- Spektrale Analytik - **OptRF**  
**Optische Reagenzien-freie** Messung im UV-Bereich für CSB, Nitrat und Nitrit
- Umfangreiche Messverfahren  
z.B. Chlorophyllbestimmungen, Enzymtests, Weinqualitätsmerkmal Farbe
- Umfangreiche Farbmessung: CIE-basierende Methoden



# WTW Online-Messung in der Kläranlage

## Online-Messungen mit IQ SENSORNET

- CSB, NO<sub>3</sub> und NO<sub>2</sub> mit Spektral-Sensoren: CarboVis, NitraVis, NiCaVis...
- in Zulauf, Belebung und Ablauf

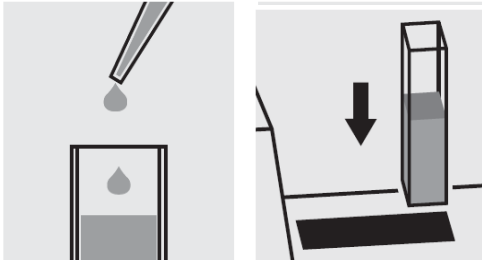


# Revolutionär: Online-Verfahren ins Labor gebracht!

## Optische Reagenzienfreie Messung OptRF im Ablauf der kommunalen Kläranlage

### CSB, NO<sub>3</sub>, NO<sub>2</sub> - Einfach messen!

Methode wählen (alle)				29.06.15 13:44
3001	CODt_Outlet_Laboratory...	CSB-gesamt	0.0 - 75.0 mg/l	
3002	NOx_Outlet_Laboratory	NOx-N	0.00 - 5.00 mg/l	
3003	NO2_Outlet_Laboratory	NO2-N	0.00 - 4.00 mg/l	
3004	NO3_Outlet_Laboratory	NO3-N	0.00 - 5.00 mg/l	
...				
...				
...				
Zuletzt benutzt				



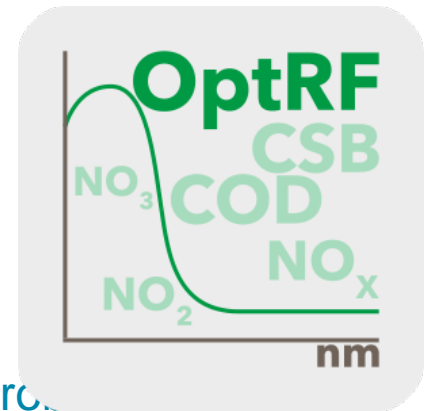
Probe in eine 10 mm-Quarz-Küvette pipettieren.

Küvette in den Photometer-Küvetten-schacht einsetzen und Messung starten.

OptRF Messung	16.01.15 9:52
[ZERO 16.01.15 9:51] [MQ 1]	
<b>2.3</b> mg/l	
Rohwert: # 2.0 mg/l	
3003:NO3_H_Outlet 10 mm	NO <sub>3</sub> -N 0.0 - 3.0 mg/l
<b>Einstellungen</b>	<b>Methodenliste</b> <b>Zitierform</b>

# OptRF – Das Prinzip

- Direkte Absorption von **NO<sub>3</sub>**, **NO<sub>2</sub>** im UV-Bereich
- Absorptionsverhalten von **CSB**  
(Summenparameter => Matrix-abhängig)
- Probe direkt in 10 mm Quarzküvette
- Spektrale Messung im Bereich von 200-390 nm => Quarzküvette!
- Auswertung des Scans auf Basis von hinterlegten Realprozessen  
komplexe Algorithmen
- Auswertung mit direkter Messwertausgabe



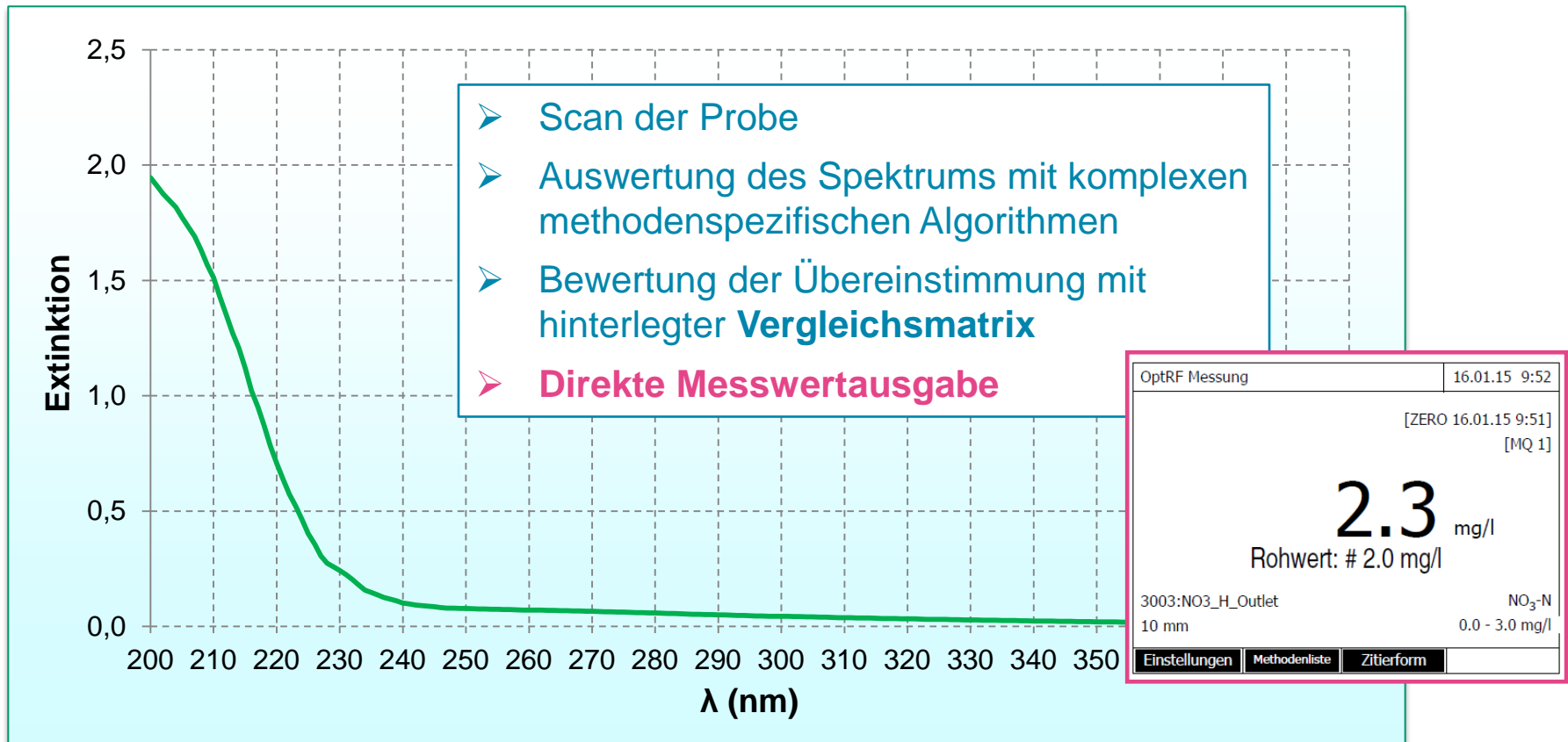
## Methoden geeignet für Ablauf kommunale Kläranlagen!

Nicht geeignet für die meisten industriellen Abwässer oder Vorklärung, da **nicht** alle C-Quellen (Zucker, Alkohol...) im UV-Bereich absorbieren!

Trübungen stören hier, deshalb auch nicht im Zulauf möglich!

# OptRF - Eine spektrale Messung mit photoLab® 7600 UV-VIS

Von der spektralen Messung zur direkten Messwertausgabe:

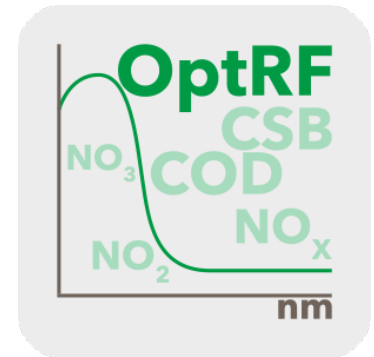


# Revolutionär: Online-Verfahren ins Labor gebracht!

## Optische Reagenzienfreie Messung OptRF

### Die Vorteile:

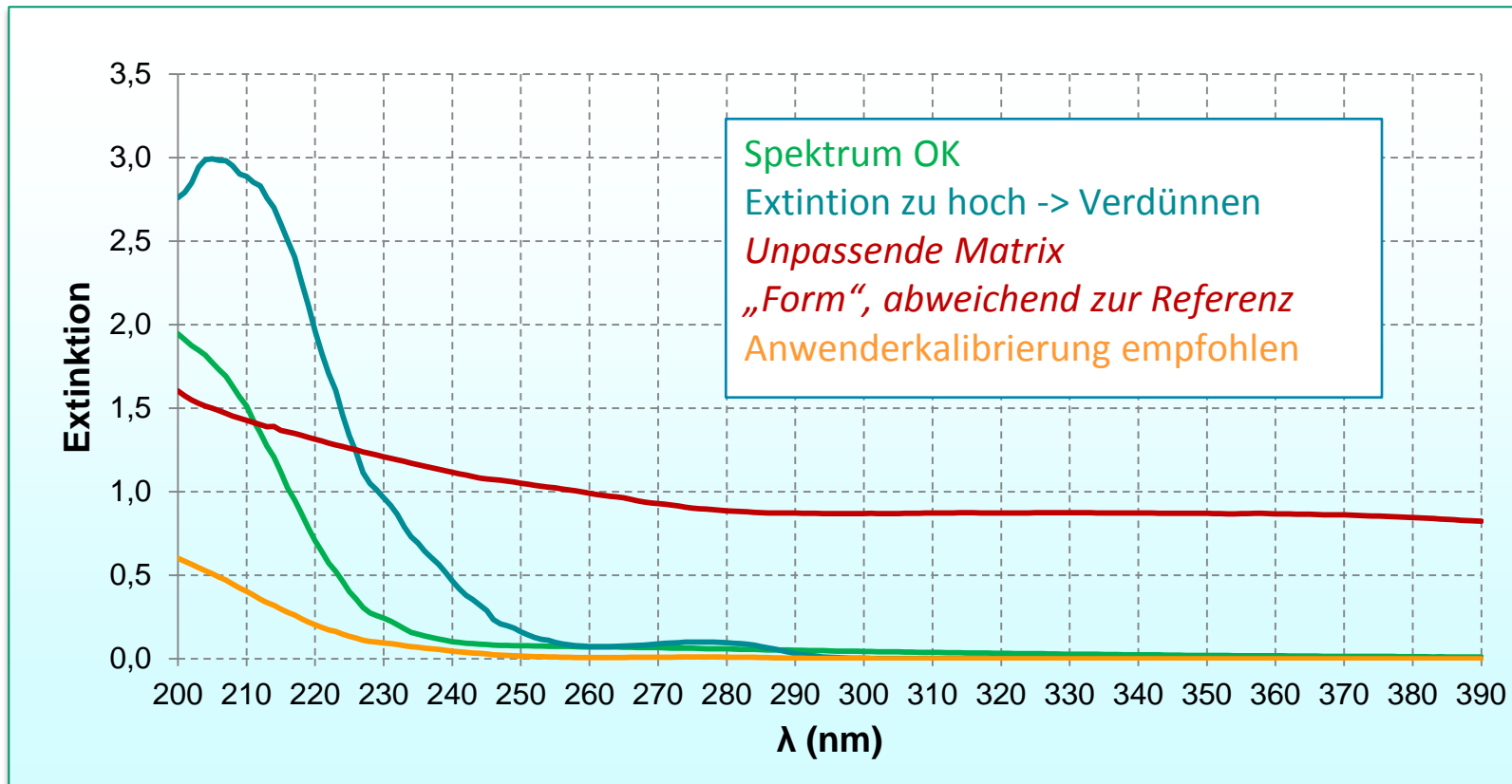
- ✓ Schneller als der schnellste Aufschluss (CSB 2.5 h)
- ✓ Kostenfrei, da ohne Reagenzieneinsatz
- ✓ Reduzierung der Gesamtkosten
- ✓ Umweltfreundlich, da ohne Kaliumdichromat, Hg
- ✓ Gesundheitlich unbedenklich





# OptRF – Anwenderunterstützung

Wasser ist nicht gleich Wasser = unterschiedliche Matrix!  
Automatische Auswertung + qualitative Bewertung des Spektrums:



## Optimierung an die eigene kommunale Kläranlage:

Anpassung der Kennlinie über Roh- und Referenz-Wertepaare

Anwenderkalibrierung 18.06.15 11:37

	Rohwert	Referenzwert
Wertepaar 1	0.00 # mg/l	0.00 mg/l
Wertepaar 2	5.00 # mg/l	6.00 mg/l

Alles zurücksetzen

3007: CODt\_Outlet\_ CSB-gesamt  
0.0 - 75.0 mg/l

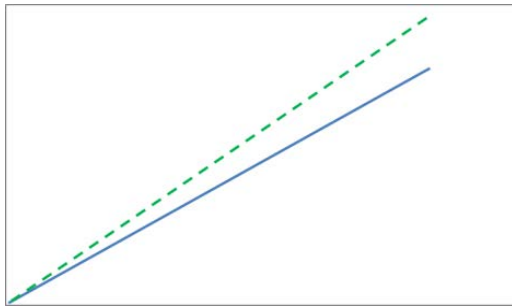
Zurück Eintrag rücksetzen Übernehmen

Direkte  
gemessene  
Ablaufprobe

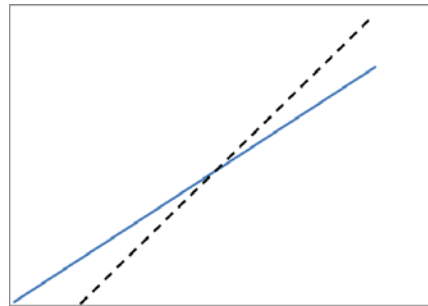
Konzentrations-  
messung mit  
Testsatz

## Anpassung der Kennlinien

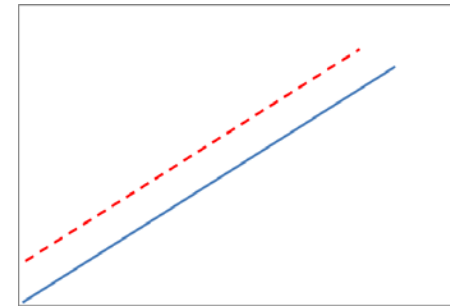
durch Referenzmessung mit Standardverfahren



1-Punkt-Kalibrierung durch  
Änderung des Wertepaares  
für das Messbereichsende  
(nur 2. Wertepaar)



2-Punkt-Kalibrierung  
durch Änderung beider  
Wertepaare  
**Steigungskorrektur**



2-Punkt-Kalibrierung  
**Offset-Korrektur**

- Regelmäßige Kontrollen:  
z.B. jahreszeitliche Schwankungen => jahreszeitliche Optimierung

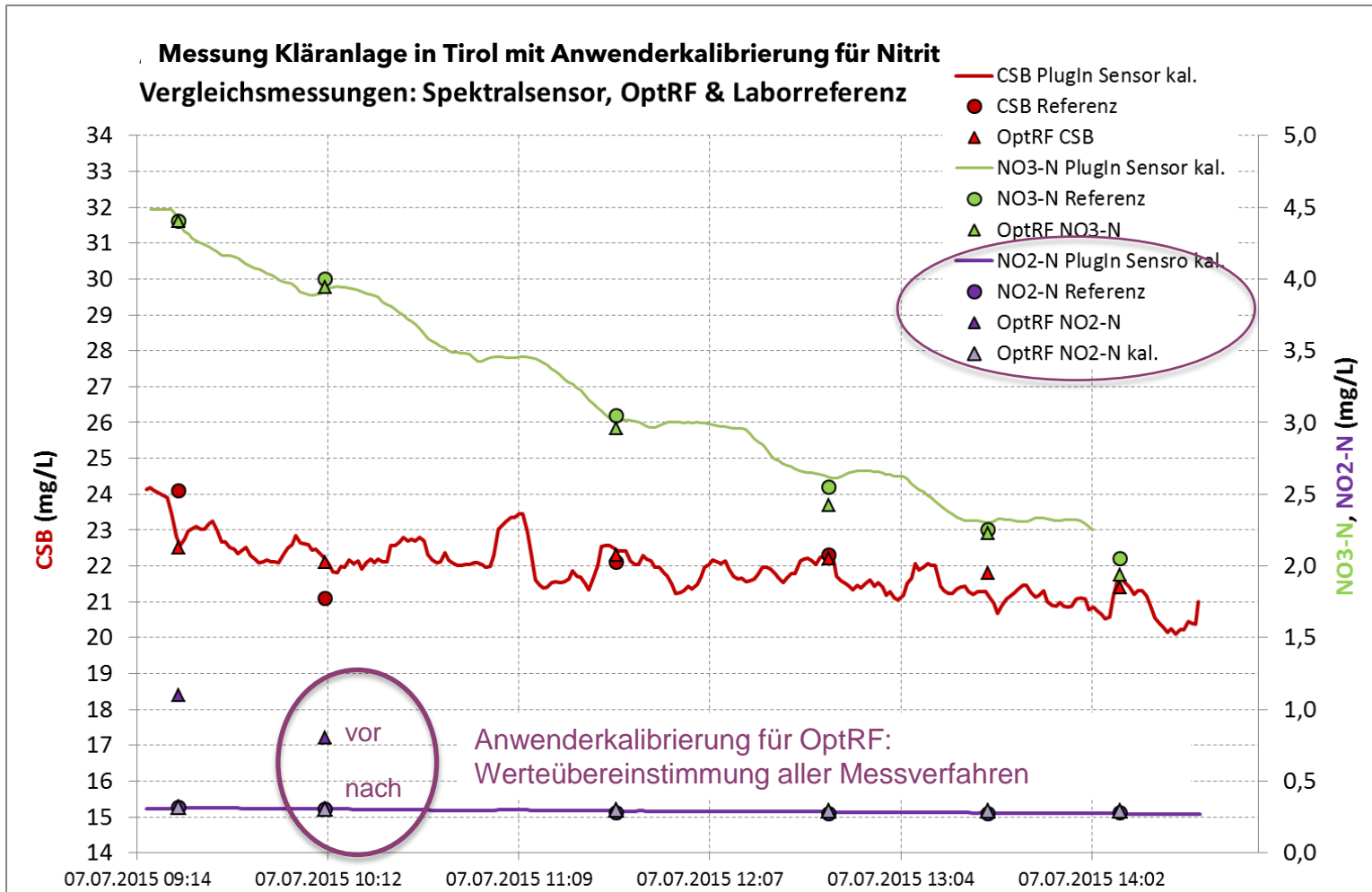
## Optimieren der OptRF-Messung

- Erste Messungen im Vergleich mit Referenzmessungen
- Erstellung von Vergleichsliste, hier am Beispiel  $CSB_{gesamt}$

Probenahme		OptRF Rohwert [#]	Referenzwert (Tests)
Datum	Uhrzeit	$CSB_{gesamt}$ (mg/L)	$CSB_{gesamt}$ (mg/L)
03.04.2015	07:30	23,5	26
03.04.2015	09:15	28	32
05.04.2015	16:30	13,5	15
06.04.2015	14:20	19	23
...			

- !! Richtige Zuordnung von #Rohwert + Referenzwert für Wertepaare !!
- 2-Punkt Kalibrierung für noch bessere Anpassung bei Dynamik

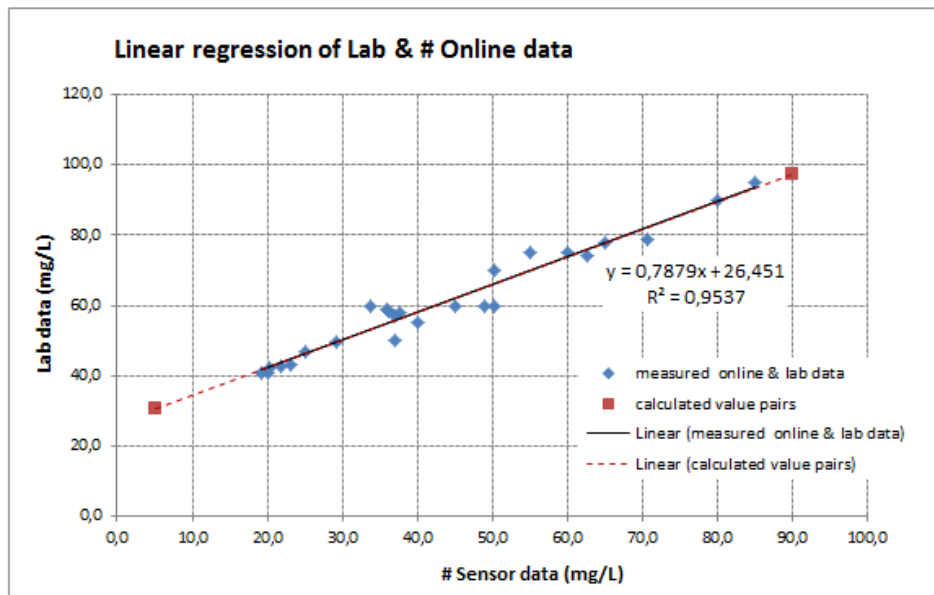
# OptRF: Vergleich mit Tests + WTW-Online Sensoren



# OptRF – Anwenderkalibrierung - lineare Regression

## Optimierung bei großer Dynamik (mehrere Wertepaare)

Durch Eingabe mehrerer Wertepaare in eine WTW-Vorlage XLS wird die Kennlinie und ideale Wertepaare automatisch berechnet.



enter Date and Time	enter measured # Sensor data mg/L	enter measured Lab data mg/l	corrected Sensor data calculated with slope & off-set from linear regression mg/L
27.01.2014 09:00	70,8	79,0	82,2
28.01.2014 09:15	50,3	60,0	66,1
29.01.2014 09:30	37,6	58,0	56,1
30.01.2014 09:45	37,1	57,0	55,7
31.01.2014 10:00	50,3	70,0	66,1
01.02.2014 10:15	62,7	74,0	75,9
02.02.2014 10:30	33,7	60,0	53,0
03.02.2014 10:45	35,9	59,0	54,7
04.02.2014 11:00	36,2	58,5	55,0
05.02.2014 11:15	29,2	49,5	49,5
06.02.2014 11:30	23,2	43,0	44,7
07.02.2014 11:45	21,8	42,5	43,6
08.02.2014 12:00	20,2	42,0	42,4
09.02.2014 12:15	20,0	41,0	42,2
10.02.2014 12:30	19,3	41,0	41,7
11.02.2014 12:45	25,0	47,0	46,1
12.02.2014 13:00	55,0	75,0	69,8
13.02.2014 13:15	60,0	75,0	73,7
14.02.2014 13:30	80,0	90,0	89,5
15.02.2014 13:45	85,0	95,0	93,4
16.02.2014 14:00	65,0	78,0	77,7
17.02.2014 14:15	45,0	60,0	61,9
18.02.2014 14:30	40,0	55,0	58,0
19.02.2014 14:45	37,0	50,0	55,6
20.02.2014 15:00	49,0	60,0	65,1
min values	19,3	41,0	
max values	85,0	95,0	

Calculation of value pairs for local COD Sensor Calibration		
	# Sensor data mg/L	calculated Lab data reference value calculated with slope & off-set from linear regression mg/L
value pair 1	5	30
Value pair 2	90	97

enter values only in green cells

do not change red cells

## Messbereiche

basierend auf Standards, für Realproben: matrixabhängig.

CSB	bis 75.0 mg/l
NO <sub>2</sub> -N	bis 4.00 mg/l
NO <sub>3</sub> -N	bis 3.00 mg/l

## Verdünnung

Für die Messung verschiedener Parameter in einer Probe muß diese ggf. unterschiedlich verdünnt werden.

Ursache: unterschiedliche Absorptionsverhalten der jeweiligen Parameter

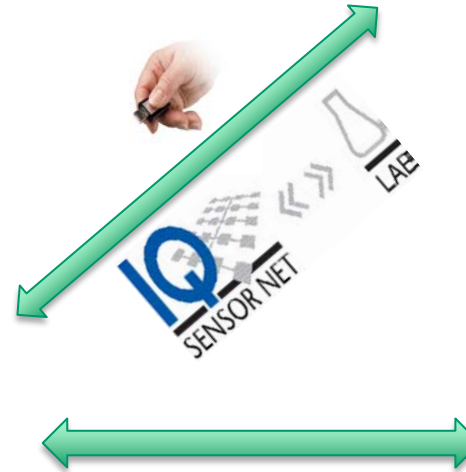
## Einsatz in Oberflächengewässern

Umgebungs- und Probenmatrix-abhängig: funktioniert meist ebenfalls. Bei großer Dynamik oder Starkregen-Ereignissen längerfristig prüfen.

Methode für CSB<sub>gelöst</sub>

# OptRF - Einsatzmöglichkeiten

- Schnelle + kostenfreie **Zusatzkontrollen** zur (erforderlichen) Eigenkontrolle
- **Schneller Check** für ungewöhnliche Ereignisse
- Ermittlung des **optimalen Messbereichs** (Tests)
- Kostenfreier Schnelltest von **Rückstellproben**
- **Onsite-Test**
- Die Verbindung zu WTW-Online via IQ LabLink-Verfahren geplant analog zur VARiON-Anbindung





## Dienstleistung und Analytik für unterwegs

- Geringes Gewicht von ca. 4,5 kg
- Stromversorgung über Autobatterie
- Standardkabel für Autobatterie
- Onsite-Einsatz an wettergeschütztem Platz oder Fremdlabor
- Feldkoffer zum Transport optional



**Ideal für Dienstleistung zur Betreuung von mehreren Anlagen**

# Routineanalytik von Standardparametern

## Standardparameter

- mit Küvettentests CSB,  $\text{NO}_3$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{NH}_4$ , ...  
(Fortschritt sind hier die kleinen Reagenzienvolumen)



## Fehlerquellen - Messwertgenauigkeit:

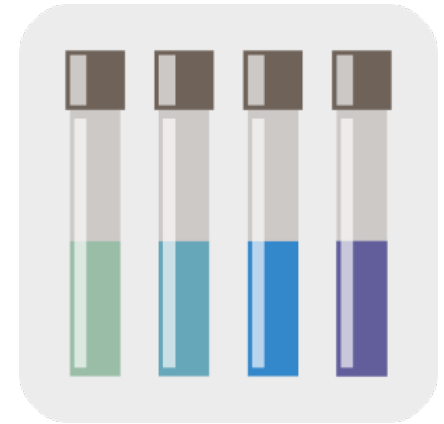
- Probennahme
- Probenvorbereitung+Durchführung  
Pipettieren, Küvetteneinfluß....
- Verfahrensgrenzen der Chemie  
(Genauigkeit CSB z.B.  $\pm 10-15\%$ )
- Sauberes Arbeiten – GLP:  
Doppelbestimmung, besser Dreifachbestimmung  
Kontrollstandard => AQS
- => Messtoleranzen sind Bestandteil aller Messverfahren



# Bewährte Routine-Analytik mit Testsätzen

## Barcode für Küvetten- und Rechteckküvetten

- Vorteile von Küvettentests: sehr schnell, bequem
  - fertige Vorlage, Chargenzertifikat
  - Methodenwahl mit allen Einstellungen, fehlerfrei
- Vorteile von Reagenzientests: schnell + ökonomisch
  - Einzigartig: ebenfalls Methodenwahl
  - Chargenzertifiziert bei Preisniveau Pulvertests



## Automatische Küvettenerkennung ohne Adapter

- Rund- und Rechteckküvetten (10, 20 oder 50 mm)
- Automatische Messbereichs-Umschaltung:  
der jeweilige Messbereich passend zur Küvettengröße

# photoLab® 7000 Serie + Applikationen

- Allgemeine Labors
- Aquakultur
- Bergbau
- Fischzucht
- Forschung
- Getränkeindustrie
- Lebensmittelindustrie
- Lehre und Ausbildung
- Petrochemie
- Pharmaindustrie
- Servicelabors
- Universitäten
- **Wasseranalytik**
- Wein und Bier
- .....

