



Application Note AN-T-074

Leitfähigkeit, pH-Wert, Alkalinität und Härte in Leitungswasser

Vollständig automatisierte Bestimmung einschließlich Probenvorbereitung

Die Analyse von Leitungswasser spielt eine wichtige Rolle, um die Wasserqualität zu beurteilen oder mögliche Verunreinigungen zu erkennen. Parameter wie Leitfähigkeit, pH-Wert, Alkalinität und Wasserhärte werden routinemäßig analysiert.

In dieser Application Note wird ein vollautomatisiertes System vorgestellt, das die Bestimmung mehrerer Parameter nach verschiedenen Normen mit einer Analyse ermöglicht. Dazu gehören Leitfähigkeit (ISO 7888, EN 27888, ASTM D1125, EPA 120.1), pH-Wert

(EN ISO 10523, ASTM D1293, EPA 150.1), Alkalinität (EN ISO 9963, ASTM D1067, EPA 310.1) und Ca/Mg-Gehalt (ISO 6059, ASTM D1126, EPA 130.2). Darüber hinaus überführt das System das benötigte Probenvolumen für die Analyse in ein externes Titriergefäß und reduziert so den Aufwand für die manuelle Probenvorbereitung. Zudem lassen sich alle Sensoren automatisch kalibrieren und auch der Titer jedes Titriermittels kann automatisch bestimmt werden.

Dieser hohe Automatisierungsgrad minimiert Fehler und garantiert eine hervorragende

Reproduzierbarkeit, indem wertvolle Zeit für die Bediener gewonnen wird.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Methode wird an einer Leitungswasserprobe demonstriert. Es ist keine Probenvorbereitung erforderlich, da das System nach der

Leitfähigkeitsmessung automatisch das definierte Probenvolumen in die externe Titrierzelle überführt.

VERSUCHSAUFBAU

Die Analyse wird automatisch auf einem 815 Robotic USB Sample Processor XL in einem externen Titriergefäß durchgeführt, das mit einer iAquatrode plus und einer kombinierten Ca-ISE ausgestattet ist. Die Probe wird in Bechergläser überführt und dann auf das Rack gestellt. Zunächst erfolgt die Leitfähigkeitsmessung direkt im Becherglas mittels einer 5-Ring-Leitfähigkeitsmesszelle mit integriertem Temperatursensor. Anschließend wird ein Probenaliquot in das externe Titriergefäß überführt, der pH-Wert gemessen und anschließend die Alkalinitätstitrations mit standardisierter HCl-Lösung durchgeführt. Anschließend wird der pH-Wert durch Zugabe von TRIS-Puffer eingestellt und die Probe mit standardisierter EDTA-Lösung bis nach dem zweiten Äquivalenzpunkt titriert. Abschließend erfolgt die automatische Reinigung des Titriergefäßes und der Sensoren.

Vor der Analyse werden die pH-Elektrode und die Leitfähigkeitsmesszelle kalibriert.



Abbildung 1. 815 Robotic USB Sample Processor XL mit externem Titriergefäß, 905 Titrando und 856 Conductivity Module ausgestattet mit iAquatrode plus, kombinierter Ca-ISE und 5-Ring-Leitfähigkeitsmesszelle für die Analyse von Leitungswasser.

ERGEBNISSE

Das System liefert reproduzierbare Ergebnisse für alle analysierten Parameter. Die Gesamtanalysezeit für

eine Probe beträgt weniger als 15 Minuten. Alle Ergebnisse sind in **Tabelle 1** zusammengefasst.

Tabelle 1. Analysierte Parameter für Leitungswasser (n = 10).

Parameter	Mittelwert	SD(rel) in %
Leitfähigkeit	524.7 μ S/cm	0.82
pH-Wert	7.81	0.54
p-Wert	n. b.	n. b.
m-Wert	5.8 mmol/L	0.12
Calcium	88.8 mg/L	0.22
Magnesium	19.9 mg/L	1.4
Gesamthärte	3.9 mmol/L	0.4

FAZIT

Der hohe Automatisierungsgrad in der Wasseranalytik ermöglicht eine Steigerung des Probendurchsatzes, minimiert Fehler und garantiert eine hervorragende Reproduzierbarkeit. Da das vorgestellte System über Funktionen zur Probenvorbereitung verfügt, muss die

Probe nur in einem Becherglas auf das Rack gestellt werden und das System führt alle Analysen (Leitfähigkeit, pH-Wert, Alkalinität und Wasserhärte) autonom durch.

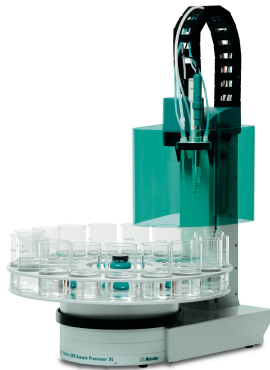
Interne Referenz: AW TI CH1-1213-082011

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

KONFIGURATION



815 Robotic USB Sample Processor XL (1T/2P)

Robotic USB Sample Processor XL mit einer Arbeitsstation und zwei eingebauten Membranpumpen zur automatischen Bearbeitung von Routineproben in Serien mit hoher Anzahl sowie komplexer Probenvorbereitung oder paralleler Abläufe. Es können bis zu drei Dosierer für Liquid Handling Aufgaben angeschlossen werden.

Aufgrund der vielfältigen Anwendungsvarianten müssen Rack, Rührer, Titrierkopf, Schwenkarm und Swing Head sowie Probengefäße auf die Applikation zugeschnitten separat bestellt werden.

Die Steuerung erfolgt "stand alone" mittels Touch Control. Für die PC-Steuerung stehen folgende Software-Produkte zur Auswahl: Titrationssoftware tiamo™, Chromatographiesoftware MagIC Net, Voltammetriesoftware viva, oder OMNIS.



856 Conductivity Module

Leitfähigkeitsmessmodul als Erweiterung zu einem bestehenden Titrande-System oder «Stand alone» in Kombination mit einem 900 Touch Control. Mit dem 856 Conductivity Module können sowohl Leitfähigkeit und Temperatur bestimmt werden als auch TDS und Salinität. Es unterstützt Leitfähigkeitsmesszellen neuester Technologie, die 5-Ring-Messzellen.

Das Conductivity Module verfügt über 2 USB-Schnittstellen zum Anschluss von Druckern, Barcodelesern oder Probenwechslern und 4 MSB-Schnittstellen für Rührer oder Dosinos.

Verwendung mit OMNIS-Software, tiamo-Software oder Touch Control. Erfüllt GMP/GLP- und FDA-Anforderung wie 21 CFR Part 11, falls erforderlich.



905 Titrando

High-end-Titrator für die potentiometrische Titration mit zwei Messinterfaces zur Verwendung mit den Dosino-Dosierungssystemen.

- bis zu vier Dosier-Systemen des Typs 800 Dosino
- dynamische (DET), monotone (MET) und Endpunkttitration (SET)
- Messung mit ionenselektiven Elektroden (MEAS CONC)
- Dosierfunktionen mit Überwachung, Liquid Handling
- vier MSB-Anschlüsse für zusätzliche Rührer oder Dosier-Systeme
- intelligente Elektroden "iTrode"
- USB-Anschluss
- Verwendung mit OMNIS-Software, *tiamo*-Software oder Touch Control
- Erfüllt GMP/GLP- und FDA-Anforderung wie 21 CFR Part 11, falls erforderlich



5-Ring-Leitfähigkeitsmesszelle $c = 0.7 \text{ cm}^{-1}$ mit Pt1000 (Fixkabel)

5-Ring-Leitfähigkeitsmesszelle mit Zellkonstante $c = 0.7 \text{ cm}^{-1}$ (Richtwert), mit integriertem Pt1000-Temperaturfühler und Fixkabel (1.2 m) zur Anbindung an das 856 Conductivity Module.

Dieser Sensor eignet sich für Messungen von mittleren Leitfähigkeiten ($5 \mu\text{S/cm}$ bis 20 mS/cm) wie z.B. in:

- Trinkwasser
- Oberflächenwasser
- Abwasser



iAquatrode Plus mit Pt1000

Intelligente, kombinierte pH-Elektrode mit integriertem Speicherchip für Sensordaten und Pt1000-Temperaturfühler für pH-Messung/Titration in ionenarmen wässrigen Medien (z.B. Trinkwasser, Prozesswasser). Diese Elektrode zeigt in diesen Proben eine ausgesprochen schnelle Ansprechzeit.

Das Festschliffdiaphragma ist gegen Verschmutzung unempfindlich.

Bei Verwendung von $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ als Zwischenelektrolyt wird die Aufbewahrung in Aufbewahrungslösung empfohlen.

Der Zwischenelektrolyt kann gegen einen chloridfreien Elektrolyt ausgetauscht werden (z.B. Kaliumnitrat $c(\text{KNO}_3) = 1 \text{ mol/L}$ (6.2310.010)). Aufbewahrung in verwendetem Elektrolyt.

iTrodes können an Titrand, Ti-Touch oder den 913/914 Metern verwendet werden.



Kombinierte Polymermembranelektrode, Ca

Kombinierte calciumselektive Elektrode mit Polymermembran.

Diese ISE eignet sich für:

- Ionenmessungen von Ca^{2+} ($5 \cdot 10^{-7}$ bis 1 mol/L) in wässrigen Lösungen
- komplexometrische (Rück-)Titrationen (z.B. Bestimmung der Wasserhärte)

Dank einem robusten/bruch sicheren Kunststoffschiff aus Polypropylen und einem Stossschutz für die Polymermembran ist dieser Sensor mechanisch sehr belastbar.

Als Referenzelektrolyt wird $c(\text{NH}_4\text{NO}_3) = 1 \text{ mol/L}$ verwendet.