Application Note AN-T-075

Leitfähigkeit, pH-Wert, Alkalinität und Chlorid in Leitungswasser

Vollständig automatisierte Bestimmung einschließlich Probenvorbereitung

Die Analyse von Leitungswasser spielt eine wichtige Rolle bei der Beurteilung der Wasserqualität oder bei der Feststellung einer möglichen Verunreinigung des Wassers. Parameter wie Leitfähigkeit, pH-Wert, Alkalinität und Chloridgehalt werden routinemäßig gemessen.

In dieser Application Note wird ein vollautomatisches System vorgestellt, das die Bestimmung mehrerer Parameter nach verschiedenen Normen in 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 Chloridgehalt (ISO 9297, ASTM D512, EPA 325.3). Zusätzlich überführt das System das erforderliche Probenvolumen in ein externes Titrationsgefäß, wodurch der Aufwand für die manuelle Probenvorbereitung weiter reduziert wird. Darüber hinaus können alle Sensoren automatisch kalibriert und der Titer jedes Titriermittels automatisch bestimmt werden.

Dieser hohe Automatisierungsgrad minimiert Fehler und garantiert eine hervorragende Reproduzierbarkeit, wobei der Bediener zusätzlich wertvolle Zeit gewinnt.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Methode wird an einer Leitungswasserprobe demonstriert. Eine Probenvorbereitung ist nicht erforderlich, da das System das definierte Probenvolumen nach der Leitfähigkeitsmessung automatisch in die externe Titrierzelle überführt.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Diese Analyse wird automatisch mit einem 815 Robotic USB Sample Processor XL durchgeführt, der mit zwei externen Titrationsgefäßen ausgestattet ist. Eines ist mit einer iAquatrode plus ausgestattet, das zweite mit einer iAg-Titrode.

Die Probe wird in Bechergläser überführt und auf das Rack gestellt. Die Leitfähigkeitsmessung wird direkt im Becherglas mit einer 5-Ring-Leitfähigkeitsmesszelle mit integriertem Temperatursensor durchgeführt. Anschließend wird ein Probenaliquot in das erste externe Titrationsgefäß überführt, wo die pH-Messung und anschließend die Alkalinitätstitration (mit standardisierter HCl-Lösung) durchgeführt wird. Dann wird ein zweites Aliquot in das zweite Titriergefäß pipettiert, wo (nach einem Ansäuerungsschritt) das Chlorid mit standardisierter Silbernitratlösung titriert wird. Schließlich erfolgt die automatische Reinigung beider Titriergefäße und Sensoren.

Die pH-Elektrode und die Leitfähigkeitsmesszelle werden vor der Analyse kalibriert.

Abbildung 1. Beispielsystem: 815 Robotic USB Sample Processor XL mit externem Titriergefäß, 905 Titrando und 856 Conductivity Module mit iAquatrode plus, iAg-Titrode und 5-Ring-Leitfähigkeitsmesszelle für die Analyse von Leitungswasser.

RESULTS

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	557.8 µS/cm	2.27
pH-Wert	7.89	0.65
p-Wert	n. b.	n. b.
m-Wert	5.60 mmol/L	0.36
Chlorid	10.72 mg/L	1.08

FAZIT

Der hohe Automatisierungsgrad in der Wasseranalytik ermöglicht eine Steigerung des Probendurchsatzes, minimiert Fehler und garantiert eine hervorragende Reproduzierbarkeit. Da das vorgestellte System die Probenvorbereitung beinhaltet, muss die Probe nur in einem Becher auf das Rack gestellt werden, und das System führt alle Analysen (Leitfähigkeit, pH-Wert-Bestimmung, Alkalinität und Chlorid) selbstständig durch. Die automatische und genaue Zugabe der Lösungen in Verbindung mit dem automatisierten System setzt wertvolle Zeit des Bedieners frei und erhöht somit die Produktivität im Labor.

Interne Referenz: AW TI CH1-1214-082011

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen
info@metrohm.ch

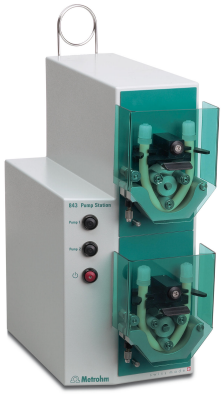
KONFIGURATION

815 Robotic USB Sample Processor XL (1T/0P)

Robotic USB Sample Processor XL mit einer Arbeitsstation zur automatischen Bearbeitung von Routineproben in Serien mit hoher Anzahl sowie komplexer Probenvorbereitung oder paralleler Abläufe. Es können bis zu zwei Pumpen (Membran oder Peristaltik) und 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 tiamoTM, Chromatographiesoftware MagIC Net, Voltammetriesoftware viva, oder OMNIS.



843 Pump Station (peristaltic)

Die 843 Pump Station (Peristaltik) hat zwei eingebaute Schlauchquetschpumpen. Diese können wahlweise über die Schnittstelle direkt mittels Remotesignalen oder manuell mit Tastendruck angesteuert werden.

856 Conductivity Module

Leitfähigkeitsmessmodul als Erweiterung zu einembestehenden Titrando-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 neuster 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 cm-1 mit Pt1000 (Fixkabel)

5-Ring-Leitfähigkeitsmesszelle mit Zellkonstante c = 0.7 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 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(KCl) = 3 mol/L als Zwischenelektrolyt wird die Aufbewahrung in Aufbewahrungslösung empfohlen.

Der Zwischenelektrolyt kann gegen einen chloridfreien Elektrolyt ausgetauscht werden (z.B. Kaliumnitrat c(KNO_3) = 1 mol/L (6.2310.010)). Aufbewahrung in verwendetem Elektolyt.

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

iAg-Titrode

Intelligente, kombinierte Silberringelektrode mit einer pH-Glasmembran als Referenzelektrode und integriertem Speicherchip für Sensordaten.

Diese wartungsfreie Elektrode eignet sich für Fällungstitrationen bei konstant bleibendem pH-Wert (Titriermittel Silbernitrat) von z.B.:

- Chlorid, Bromid, Iodid
- Sulfiden
- Schwefelwasserstoff
- Mercaptane
- Cyanide

Diese Elektrode wird in dest. Wasser aufbewahrt.

Je nach Anwendung empfiehlt sich die Verwendung einer Ag-Titrode mit Ag_2S-Überzug, die entsprechend bestellt werden kann.

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