



Application Note AN-T-076

Conductividad, valor de pH, alcalinidad, dureza y cloruro en agua del grifo

Determinación totalmente automatizada, incluida la preparación
de muestras

El análisis del agua del grifo juega un papel importante para evaluar la calidad del agua o para identificar posibles contaminantes. Los parámetros como la conductividad, el valor de pH, la alcalinidad, la dureza del agua y el contenido de cloruro se analizan de forma rutinaria.

En esta Application Note se presenta un sistema totalmente automatizado que permite la determinación de varios parámetros según diversas normas en un solo análisis. Entre estos parámetros se incluyen la conductividad (ISO 7888, EN 27888, ASTM D1125, EPA 120.1), el valor de pH (EN ISO 10523, ASTM D1293, EPA 150.1), la alcalinidad (EN ISO 9963,

ASTM D1067, EPA 310.1), el contenido de Ca/Mg (ISO 6059, ASTM D1126, EPA 130.2) y el contenido de cloruro (ISO 9297, ASTM D512, EPA 325.3). Además, el sistema transfiere el volumen de muestra necesario a recipientes de titulación externos para los diferentes análisis, lo que reduce la preparación manual de la muestra. Por otro lado, todos los sensores pueden calibrarse automáticamente y también puede determinarse el título de cada reactivo de titulación.

Este alto grado de automatización minimiza los errores y garantiza una excelente reproducibilidad al liberar un tiempo valioso para los operadores.

MUESTRAS Y PREPARACIÓN DE MUESTRAS

El método se demuestra para una muestra de agua del grifo. No se requiere preparación de muestras ya que el sistema transfiere automáticamente el

volumen de muestra definido a recipientes de titulación externos después de la medición de la conductividad.

EXPERIMENTO

Este análisis se lleva a cabo automáticamente en un 815 Robotic USB Sample Processor XL equipado con dos recipientes de titulación externos. Uno está configurado con un iAquatrode plus y un Ca-ISE combinado, y el segundo recipiente está configurado con un iAg-Titrode.

Las muestras se vierten en vasos de precipitados y luego se colocan en la gradilla. Primero, la medición de conductividad se realiza directamente en el vaso de precipitados con una celda de medición de conductividad de 5 anillos con sensor de temperatura integrado. Posteriormente, se transfiere una alícuota de la muestra al primer recipiente de titulación externo para realizar la medición del pH y luego la titulación de la alcalinidad (utilizando una solución de HCl estandarizada). A continuación, el valor de pH se ajusta mediante la adición de tampón TRIS y la muestra se titula con un valorante EDTA estandarizado hasta que se alcance el segundo punto de equivalencia. Una segunda porción de la muestra se transfiere al segundo recipiente de valoración para la determinación de cloruro con valorante de nitrato de plata estandarizado (después de un paso de acidificación). Finalmente, la limpieza tanto de los recipientes de titulación como de los sensores se realiza automáticamente.

El electrodo de pH y la celda de medición de conductividad se calibran antes del análisis.

RESULTADOS

El sistema permite resultados reproducibles para todos los parámetros analizados. El tiempo total de análisis para una muestra es inferior a 15 minutos.



Figure 1. Ejemplo de configuración de un 815 Robotic USB Sample Processor XL con un recipiente de valoración externo, un 905 Titrand y un 856 Conductivity Module equipado con iAquatrode plus, Ca-ISE combinado, iAg-Titrode y celda de medición de conductividad de 5 anillos para el análisis de agua corriente .

Todos los resultados se resumen en **tabla 1** y se dan ejemplos de curvas de titulación en **Figuras 2, 3, y 4**.

Tabla 1. Parámetros analizados para agua del grifo (n = 10).

Parámetro	Significar	DE(rel) en %
Conductividad	567,4 $\mu\text{S}/\text{cm}$	0,84
Valor de pH	7,83	0,32
valor p	N/D	N/D
valor m	5,44 mmol/L	0,09
Calcio	84,57 miligramos por litro	0,50
Magnesio	19,66 miligramos por litro	1,74
Dureza total	2,92 mmol/L	0,62
Cloruro	10,87 miligramos por litro	1,51

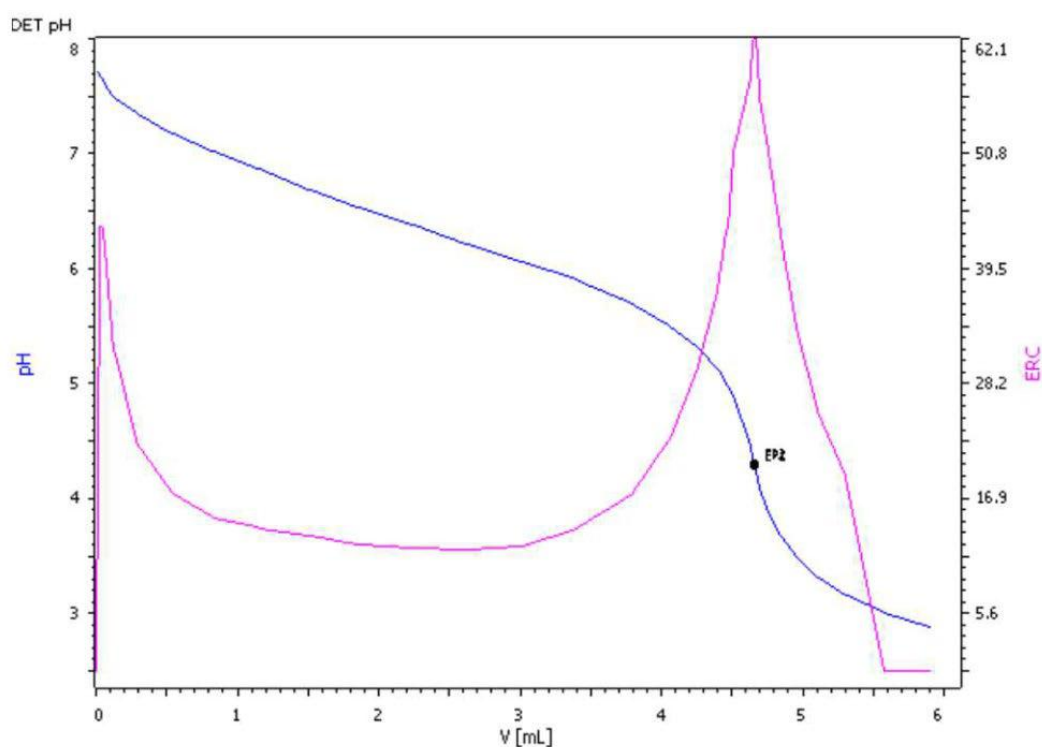


Figure 2. Ejemplo de una curva de titulación para medir la alcalinidad en agua del grifo.

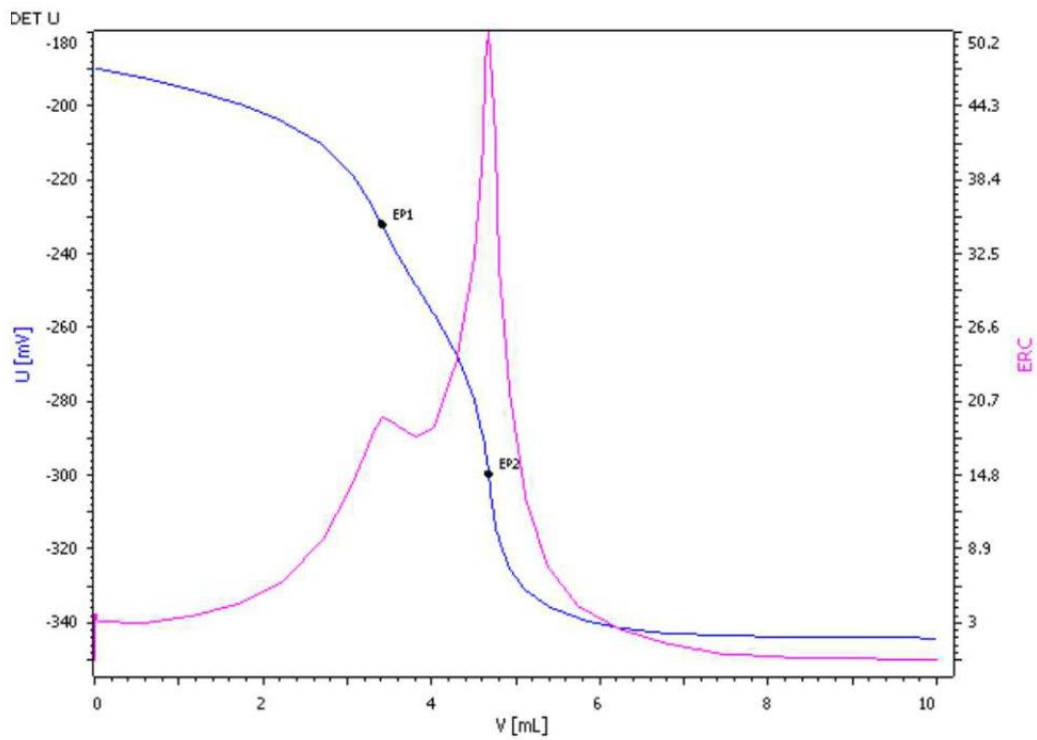


Figure 3. Curva de titulación para la determinación de la dureza del agua, el primer EP corresponde al contenido de Ca y la diferencia obtenida por EP2-EP1 corresponde al contenido de Mg.

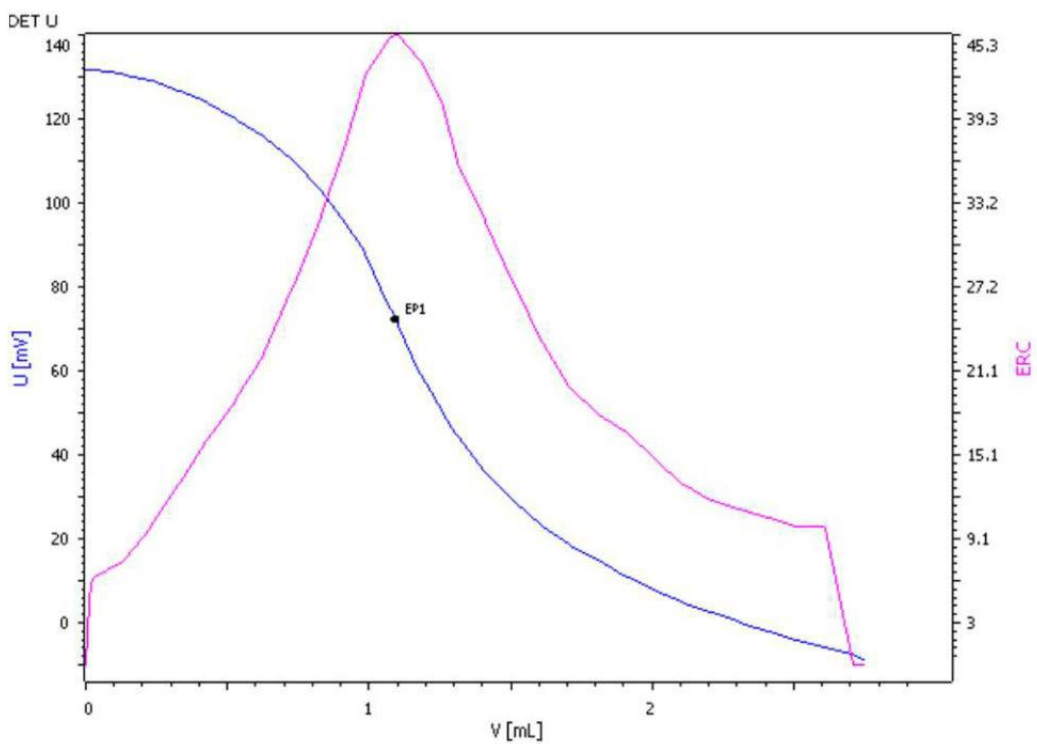


Figure 4. Curva de titulación para la determinación de cloruro en una muestra de agua corriente.

CONCLUSIÓN

El alto grado de automatización para el análisis del agua permite un aumento en el rendimiento de la muestra, minimiza los errores y garantiza una excelente reproducibilidad. Como el sistema presentado incluye la preparación de la muestra, la muestra solo debe colocarse en un vaso de precipitados en la gradilla y el sistema ejecuta todos

los análisis (conductividad, valor de pH, alcalinidad, dureza del agua y cloruro) de forma autónoma en una sola ejecución. La adición automática y precisa de las soluciones combinada con el sistema automatizado libera un tiempo valioso del operador y, por lo tanto, aumenta la productividad en el laboratorio.

Internal reference: AW TI CH1-1215-082011

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



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

Robotic USB Sample Processor XL con un puesto de trabajo y dos bombas de membrana integradas para el tratamiento automático de una cantidad grande de muestras rutinarias en serie, así como para la preparación de muestras compleja o desarrollos paralelos. Puede conectarse un máximo de tres dosificadores para tareas de LQH.

Dadas las múltiples variantes de aplicación, la gradilla, los agitadores, el cabezal de titulación, el brazo giratorio, los Swing Head y los recipientes de muestras se deben realizar a la medida de la aplicación y solicitarse por separado.

El control se efectúa de forma "independiente" mediante Touch Control. Para el control con PC se puede elegir de entre la siguiente selección de productos de software: el software de titulación tiamo™, el software de cromatografía MagIC Net, el software de voltamperometría viva, u OMNIS.



843 Pump Station (peristaltic)

La 843 Pump Station (peristáltica) tiene integradas dos bombas peristálticas que se pueden controlar directamente desde el interface usando senales remotas o manualmente, pulsando una tecla.



856 Conductivity Module

Módulo de medida de la conductividad como ampliación de un sistema Titrande existente o autónomo en combinación con un 900 Touch Control. Con el 856 Conductivity Module se puede determinar tanto la conductividad y la temperatura como el TDS y la salinidad. Con este módulo se pueden utilizar las células de medida de la más moderna tecnología: las células de medida de 5 anillos.

El Conductivity Module tiene 2 puertos USB para conectar impresoras, lectores de código de barras o cambiadores de muestras, y 4 puertos MSB para agitadores o aparatos Dosino.

Uso con OMNIS Software, software tiamo o Touch Control. Cumple las normativas GMP/GLP y FDA, así como la 21 CFR Parte 11, de ser necesario.



905 Titrando

Titulador de alta gama para la titulación potenciométrica con dos interfaces de medida para el uso con los sistemas de dosificación Dosino.

- hasta cuatro sistemas de dosificación de tipo 800 Dosino
- titulación dinámica a punto de equivalencia (DET), monótona a punto de equivalencia (MET) y a punto final (SET)
- medida con electrodos ion-selectivos (MEAS CONC)
- funciones de dosificación con monitorización, Liquid Handling
- cuatro conectores MSB para agitadores o sistemas de dosificación adicionales
- electrodos inteligentes "iTrode"
- Conector USB
- Uso con OMNIS Software, software *tiamo* o Touch Control
- Cumple las normativas GMP/GLP y FDA, así como la 21 CFR Parte 11, de ser necesario



Célula de medida de la conductividad de 5 anillos con $c = 0,7 \text{ cm}^{-1}$ con Pt1000 (cable fijo)

Célula de medida de la conductividad de 5 anillos con constante de célula $c = 0,7 \text{ cm}^{-1}$ (valor guía), con sensor de temperatura Pt1000 integrado y cable fijo (1,2 m) para su conexión al 856 Conductivity Module. Este sensor es apto para medidas de conductividades intermedias (desde $5 \mu\text{S}/\text{cm}$ hasta $20 \text{ mS}/\text{cm}$), por ejemplo, en:

- Agua potable
- Aguas superficiales
- Aguas residuales



iAquatrode Plus con Pt1000

Electrodo pH combinado inteligente con chip de memoria integrado para datos del sensor y sensor de temperatura Pt1000 para titulación/medida de pH en medios acuosos pobres en iones (por ejemplo, agua potable, agua de proceso). Este electrodo indica un tiempo de respuesta extremadamente rápido en estas muestras.

El diafragma esmerilado fijo es resistente a la contaminación.

Con el uso de una $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ como electrolito intermedio se recomienda el almacenamiento en una solución de conservación.

El electrolito intermedio se puede cambiar por un electrolito libre de cloruro (por ejemplo, nitrato potásico $c(\text{KNO}_3) = 1 \text{ mol/L}$ (6.2310.010)).

iTrodes se puede utilizar en Titrando, Ti-Touch o los 913/914-Meter.



Electrodo de membrana de polímero combinado, Ca

Electrodo selectivo de calcio combinado con membrana de polímero.

Este electrodo ion-selectivo es adecuado para:

- Medidas de iones de Ca^{2+} ($5 \cdot 10^{-7}$ hasta 1 mol/L) en soluciones acuosas
- Titraciones (inversas) complexométricas (por ejemplo, determinación de la dureza del agua)

Gracias a un eje de plástico robusto/irrompible de polipropileno y la protección contra impactos de la membrana de polímero, este sensor puede soportar altas cargas mecánicas.

Como electrolito de referencia se utiliza $c(\text{NH}_4\text{NO}_3) = 1 \text{ mol/L}$.



iAg Titrode

Electrodo de anillo de plata combinado inteligente con una membrana de vidrio de pH como electrodo de referencia y con chip de memoria integrado para datos del sensor.

Este electrodo no precisa mantenimiento y es apto para titulaciones por precipitación con un valor de pH constante (reactivo de titulación: nitrato de plata), por ejemplo, a partir de:

- Cloruro, bromuro, yoduro
- Sulfuros
- Ácido sulfhídrico
- Mercaptano
- Cianuro

Este electrodo se conserva en agua destilada.

Dependiendo de la aplicación, se recomienda el uso de un Ag Titrode con recubrimiento de Ag_2S , que se puede incluir en el pedido.

Los iTrodes se pueden utilizar en Titrando y Ti-Touch, o en los medidores 913/914.