



Application Note AN-T-076

Conducibilità, valore pH, alcalinità, durezza e cloruro nell'acqua di rubinetto

Determinazione completamente automatica inclusa preparazione del campione

L'analisi dell'acqua del rubinetto svolge un ruolo importante per valutare la qualità dell'acqua o per identificare possibili contaminanti. Vengono regolarmente analizzati parametri come conducibilità, valore pH, alcalinità, durezza dell'acqua e contenuto di cloruri.

In questa Application Note, si presenta un sistema completamente automatico, in grado di determinare molti parametri, in conformità alle varie norme, con una sola analisi. Tali parametri includono conducibilità (ISO 7888, EN 27888, ASTM D1125, EPA 120.1), valore di pH (EN ISO 10523, ASTM D1293, EPA 150.1), alcalinità (EN ISO 9963, ASTM D1067, EPA 310.1),

Ca/Mg (ISO 6059, ASTM D1126, EPA 130.2) e cloruro (ISO 9792, ASTM D512, EPA 325.3). Inoltre, il sistema trasferisce il volume di campione necessario in un vaso di titolazione esterno per le diverse analisi, riducendo così la preparazione manuale del campione. In più, tutti i sensori possono essere calibrati automaticamente ed è anche possibile determinare il fattore di ciascun titolante.

Questo elevato grado di automazione riduce al minimo gli errori e garantisce un'eccezionale riproducibilità liberando tempo prezioso per gli operatori.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Il metodo è dimostrato per un campione di acqua di rubinetto. Non è richiesta alcuna preparazione del campione poiché il sistema trasferisce

automaticamente il volume del campione definito a recipienti di titolazione esterni dopo la misurazione della conducibilità.

ANALISI

Questa analisi viene eseguita automaticamente su un 815 Robotic USB Sample Processor XL dotato di due recipienti di titolazione esterni. Uno è configurato con un iAquatrode plus e un Ca-ISE combinato, e il secondo vaso è configurato con un iAg-Titrode.

I campioni vengono versati in becher e quindi posti sul rack. Innanzitutto, la misurazione della conducibilità viene eseguita direttamente nel becher con una cella di misurazione della conducibilità a 5 anelli con sensore di temperatura integrato. Successivamente, un'aliquota del campione viene trasferita nel primo recipiente di titolazione esterno per eseguire la misurazione del pH e quindi la titolazione dell'alcalinità (utilizzando una soluzione di HCl standardizzata). Successivamente, il valore del pH viene regolato mediante l'aggiunta di tampone TRIS e il campione viene titolato con titolante EDTA standardizzato fino al raggiungimento del secondo punto di equivalenza. Una seconda porzione del campione viene trasferita nel secondo recipiente di titolazione per la determinazione del cloruro con titolante nitrato d'argento standardizzato (dopo una fase di acidificazione). Infine, la pulizia sia dei recipienti di titolazione che dei sensori viene eseguita automaticamente.

L'elettrodo pH e la cella di misura della conducibilità vengono calibrati prima dell'analisi.

RISULTATI

Il sistema consente risultati riproducibili per tutti i parametri analizzati. Il tempo complessivo di analisi per un campione è inferiore a 15 minuti. Tutti i



Figure 1. Esempio di configurazione di un 815 Robotic USB Sample Processor XL con un recipiente di titolazione esterno, un 905 Titrando e un modulo di conducibilità 856 dotato di iAquatrode plus, combinato Ca-ISE, iAg-Titrode e cella di misura della conducibilità a 5 anelli per l'analisi dell'acqua del rubinetto.

risultati sono riassunti in **Tabella 1** e vengono fornite curve di titolazione esemplificative **Figure 2, 3, e 4**.

Tabella 1. Parametri analizzati per l'acqua del rubinetto (n = 10).

Parametro	Risultato	SD(rel) in %
Conduttività	567,4 $\mu\text{S}/\text{cm}$	0,84
valore del ph	7,83	0,32
valore p	N/D	N/D
valore m	5,44 mmol/l	0,09
Calcio	84,57 mg/l	0,50
Magnesio	19,66 mg/l	1,74
Durezza totale	2,92 mmol/l	0,62
Cloruro	10,87 mg/l	1,51

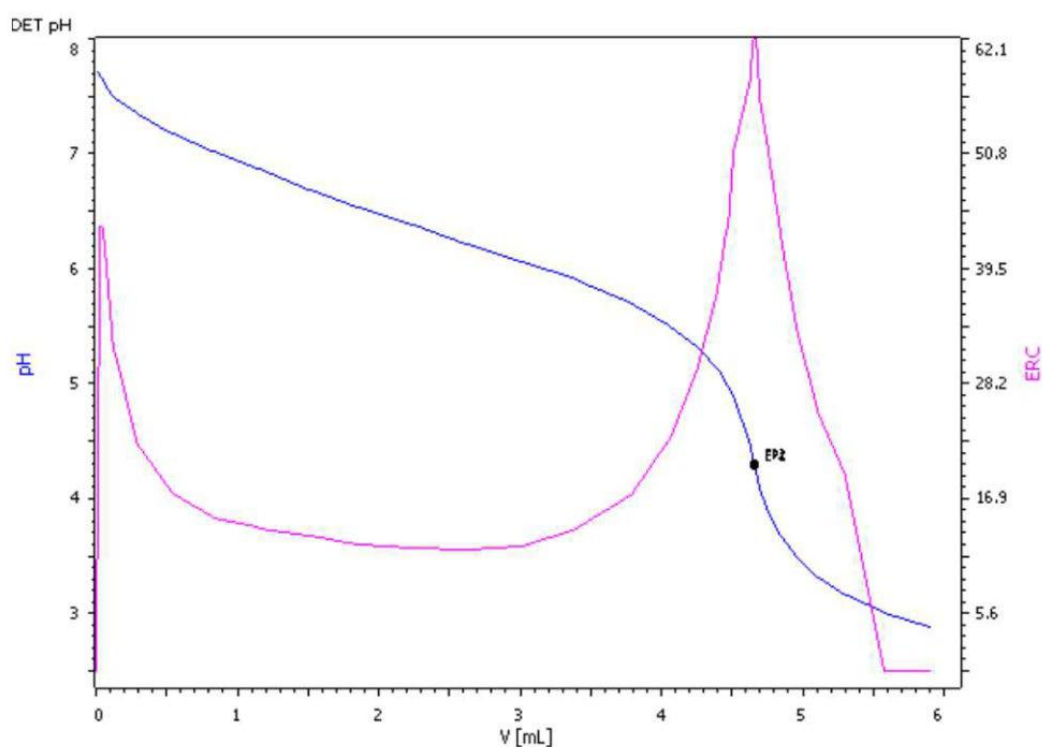


Figure 2. Esempio di una curva di titolazione per la misurazione dell'alcalinità in acqua di rubinetto.

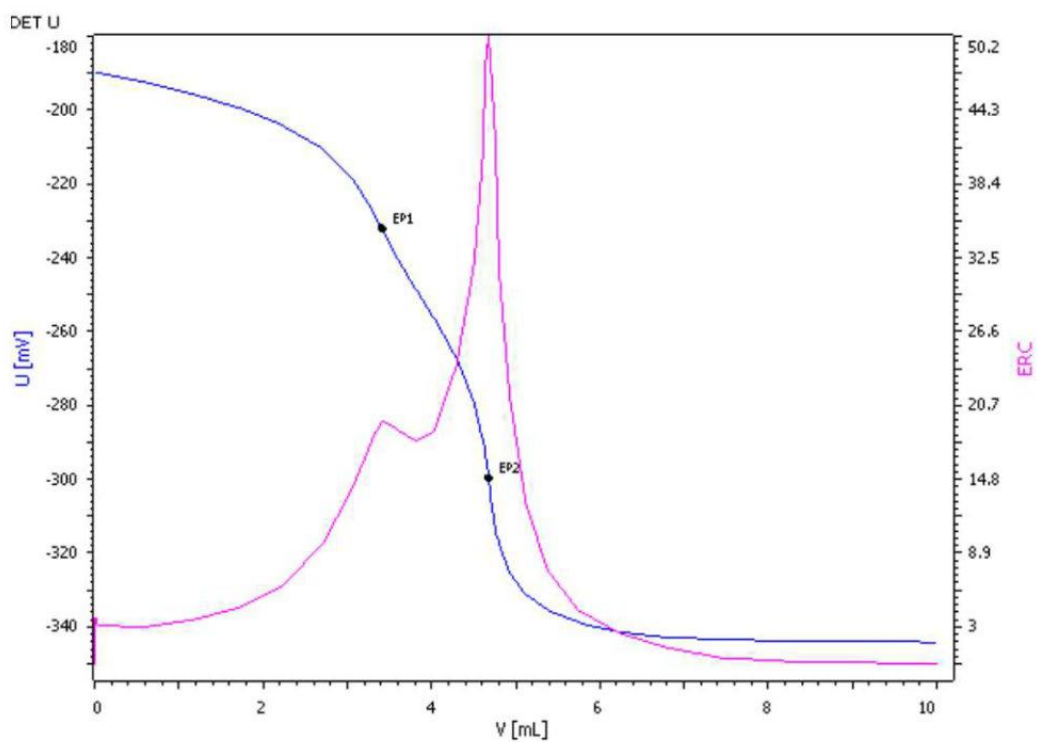


Figure 3. Curva di titolazione per la determinazione della durezza dell'acqua, il primo EP corrisponde al contenuto di Ca e la differenza ottenuta da EP2-EP1 corrisponde al contenuto di Mg.

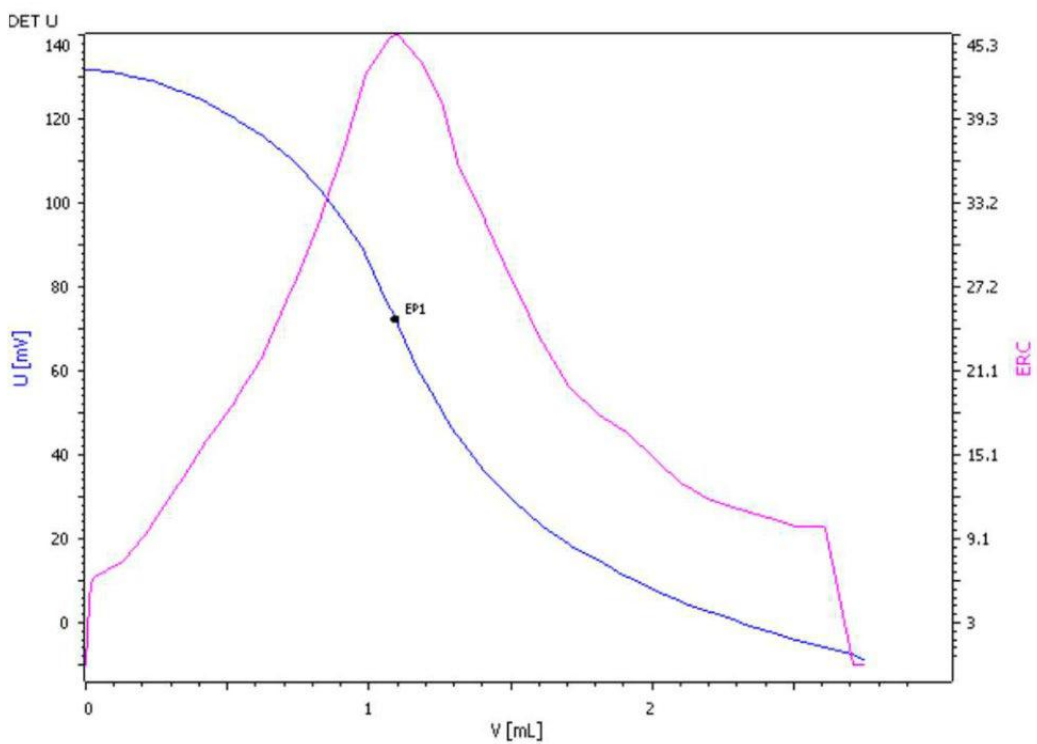


Figure 4. Curva di titolazione per la determinazione del cloruro in un campione di acqua di rubinetto.

CONCLUSIONE

L'alto grado di automazione per l'analisi dell'acqua consente un aumento della portata del campione, riduce al minimo gli errori e garantisce un'eccezionale riproducibilità. Poiché il sistema presentato include la preparazione del campione, il campione deve solo essere collocato in un becher sul rack e il sistema

esegue tutte le analisi (conduttività, valore pH, alcalinità, durezza dell'acqua e cloruro) in modo autonomo in un'unica corsa. L'aggiunta automatica e precisa delle soluzioni abbinata al sistema automatizzato libera tempo prezioso dell'operatore e quindi aumenta la produttività in laboratorio.

Internal reference: AW TI CH1-1215-082011

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE

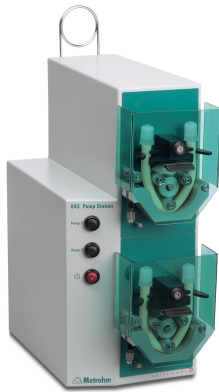


815 Robotic USB Sample Processor XL (1T/2P)

Robotic USB Sample Processor XL con una stazione di lavoro e due pompe a membrana incorporate per il trattamento automatico di campioni di routine in serie in grandi quantità nonché preparazione complessa dei campioni o esecuzioni parallele. Possono essere collegati fino a tre dosatori per i compiti di Liquid Handling.

Considerate le numerose varianti di applicazione, i rack, gli agitatori, la testa di titolazione, il braccio orientabile e la Swing Head, nonché i contenitori sono personalizzati in base all'applicazione e devono quindi essere ordinati separatamente.

Il controllo avviene in modalità "stand alone" tramite Touch Control. Per il controllo da PC sono disponibili i seguenti software: software per titolazione tiamo™, software per cromatografia MagIC Net, software per voltammetria viva oppure OMNIS.



843 Pump Station (peristaltic)

L'843 Pump Station (peristaltica) dispone di due pompe peristaltiche integrate. Queste possono essere comandate a scelta tramite l'interfaccia direttamente tramite segnali remoti o manualmente con la pressione di un tasto.



856 Conductivity Module

Modulo di misura della conducibilità come estensione di un sistema Titrandolo esistente oppure come strumento «stand alone» in combinazione con un 900 Touch Control. Con l'856 Conductivity Module possono essere determinate sia conducibilità, sia temperatura, nonché TDS e salinità. Supporta le celle di misura della conducibilità di ultima tecnologia, le celle di misura a 5 anelli.

Il Conductivity Module è dotato di 2 interfacce USB per il collegamento di stampanti, lettori di codice a barre o campionatori e di 4 interfacce MSB per agitatori o Dosino.

Utilizzo con OMNIS Software, software tiamo o Touch Control. Conforme ai requisiti GMP/GLP e FDA, nonché 21 CFR Parte 11, se necessario.



905 Titrando

Titratore high-end per la titolazione potenziometrica con due interfacce di misura per l'utilizzo con i sistemi di dosaggio Dosino.

- fino a quattro sistemi di dosaggio del tipo 800 Dosino
- titolazione dinamica (DET), monotonica (MET) e titolazione a punto finale (SET)
- Misura con elettrodi iono-selettivi (MEAS CONC)
- Funzioni di dosaggio con monitoraggio, Liquid Handling
- quattro connettori MSB per agitatori o sistemi di dosaggio supplementari
- elettrodi intelligenti "iTrode"
- connettore USB
- Utilizzo con software OMNIS, software *tiamo* o Touch Control
- Conforme ai requisiti GMP/GLP e FDA, nonché 21 CFR Parte 11, se necessario



Cella di misura della conducibilità a 5 anelli $c = 0,7$ cm^{-1} con Pt1000 (cavo fisso)

Cella di misura della conducibilità a 5 anelli con costante di cella $c = 0,7 \text{ cm}^{-1}$ (valore guida), con sensore di temperatura Pt1000 integrato e cavo fisso (1,2 m) per il collegamento all'856 Conductivity Module.

Questo sensore è adatto alle misure di conducibilità medie (da $5 \mu\text{S/cm}$ fino a 20 mS/cm) come ad es. in:

- Acqua potabile
- Acqua di superficie
- Acque reflue



iAquatrode Plus con Pt1000

Elettrodo per pH combinato intelligente, con chip di memorizzazione integrato per i dati del sensore e sensore di temperatura Pt1000 per titolazione/misura del pH in mezzi acquosi poveri di ioni (ad es. acqua potabile, acqua di processo). Questo elettrodo presenta un tempo di risposta particolarmente rapido in questi campioni.

Il diaframma fisso a smeriglio è insensibile allo sporco. In caso di utilizzo $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ come elettrolita intermedio si raccomanda la conservazione in una soluzione di conservazione.

L'elettrolita intermedio può essere sostituito con un elettrolita privo di cloruro (ad es. nitrato di potassio $c(\text{KNO}_3) = 1 \text{ mol/L}$ (6.2310.010)). Conservazione nell'elettrolita utilizzato.

Gli elettrodi iTrode possono essere utilizzati con Titrand, Ti-Touch o con i misuratori 913/914.



Elettrodo a membrana polimerica combinato, Ca

Elettrodo calcio-selettivo combinato con membrana polimerica.

Questo elettrodo iono-selettivo è adatto per:

- Misure di ioni di Ca^{2+} ($5 \cdot 10^{-7}$ fino a 1 mol/L) in soluzioni acquose
- Titolazioni (di ritorno) complessometriche (ad es. determinazione della durezza dell'acqua)

Grazie allo stelo di plastica in PP robusto/a prova di rottura e alla protezione antiurto per la membrana polimerica, questo sensore è molto resistente dal punto di vista meccanico.

Come elettrolita di riferimento viene utilizzato $c(\text{NH}_4\text{NO}_3) = 1 \text{ mol/L}$.



iAg-Titrode

Elettrodo ad anello d'argento combinato, intelligente con membrana di vetro per pH come elettrodo di riferimento e chip di memorizzazione integrato per i dati del sensore.

Questo elettrodo, privo di manutenzione, è adatto alle titolazioni per precipitazione con valore di pH costante (titolante nitrato di argento) ad es. di:

- cloruro, bromuro, ioduro
- solfuri
- idrogeno solforato
- mercaptano
- cianuro

Questo elettrodo viene conservato in acqua distillata.

A seconda dell'impiego, si raccomanda l'uso di un Ag-Titrode con rivestimento Ag_2S , ordinabile.

Gli elettrodi iTrode possono essere utilizzati con Titrande, Ti-Touch o con i misuratori 913/914.