



Application Note AN-T-131

Calcio, magnesio e durezza totale dell'acqua

Determinazione automatica utilizzando un elettrodo iono-selettivo Cu e due titolanti diversi

Spesso la durezza dell'acqua viene determinata per via fotometrica utilizzando due diversi indicatori ed eseguendo la determinazione a due valori di pH differenti. Ciò richiede molto tempo per regolare con precisione il pH. La determinazione stessa è soggettiva, in quanto il cambiamento di colore è determinato dall'analista e non da un dispositivo analitico, che può causare differenze tra analisti diversi.

In questa Application Note viene presentata

un'alternativa affidabile per valutare facilmente calcio, magnesio e durezza totale dell'acqua utilizzando un elettrodo iono-selettivo Cu e due titolanti diversi. La preparazione del campione è la stessa per entrambe le analisi e, pertanto, può essere automatizzata senza problemi. Il Cu-ISE è anche facile da maneggiare. Inoltre, l'analisi non è più soggettiva e vengono migliorate sia la precisione che la ripetibilità dei risultati.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Questa applicazione è dimostrata sull'acqua del rubinetto di Herisau, in Svizzera. Contiene naturalmente una quantità piuttosto elevata di ioni di calcio e magnesio.

ANALISI

Le analisi vengono eseguite su un Robotic USB Sample Processor XL 815 in combinazione con un 907 Titrando e il *tiamo*TM Software. A titolo indicativo, viene utilizzato un Cu-ISE in combinazione con un elettrodo di riferimento ISE a lunga durata. Devono essere eseguite due determinazioni. Durante la prima titolazione con EDTA si misura la somma di calcio e magnesio, mentre con la seconda titolazione con EGTA si analizza solo il calcio. Da questa differenza si può calcolare la durezza del magnesio. Viene aggiunta una piccola quantità di una soluzione di Cu-EDTA o Cu-EGTA per l'indicazione del punto di equivalenza in entrambe le titolazioni.

RISULTATI

Per entrambe le analisi si ottengono curve di titolazione nette con una grande differenza di

Non è richiesta alcuna preparazione del campione per questa analisi. Per l'analisi stessa, sono necessari circa 100 ml di acqua di rubinetto per ciascuna applicazione.



Figure 1. Sistema Titrando composto da un 815 Robotic USB Sample Processor XL in combinazione con un 907 Titrando.

potenziale. I risultati sono riproducibili come visualizzati in **Tabella 1**.

Tabella 1. Risultati della determinazione della durezza totale, del calcio e del magnesio (n = 5).

| | Valore medio / mmol/L | SD(abs)/mmol/L | SD(rel) in % |
|----------------|-----------------------|----------------|--------------|
| Durezza totale | 3,517 | 0,020 | 0,57 |
| Durezza Ca | 2,547 | 0,012 | 0,47 |
| durezza Mg | 0,971 | 0,009 | 0,94 |

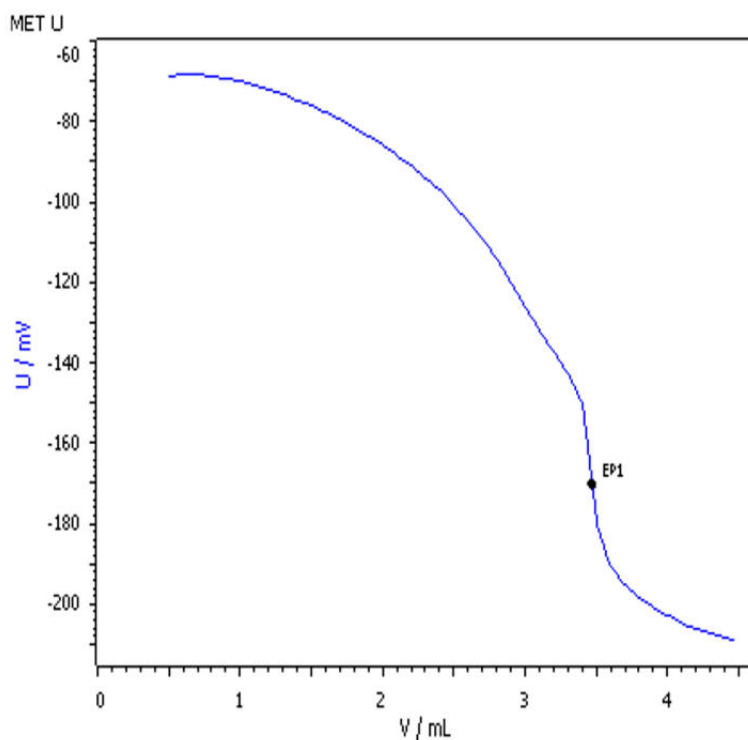


Figure 2. Esempio di curva di titolazione con EDTA per la determinazione della durezza totale in un campione di acqua di rubinetto Herisau.

CONCLUSIONE

Questa applicazione mostra la possibilità di una determinazione obiettiva, rapida e affidabile utilizzando il Cu-ISE. Il Cu-ISE è facile da maneggiare e la sua superficie può essere facilmente lucidata non appena le prestazioni diminuiscono, ottenendo una superficie rinfrescata.

Poiché entrambe le analisi vengono eseguite con gli stessi strumenti ed elettrodi, sono facilmente automatizzate. L'automazione porta a risultati precisi e riproducibili. È possibile risparmiare ancora più tempo se le analisi vengono eseguite su un robot campione OMNIS in cui sono possibili analisi parallele.

Internal reference: AW TI CH1-1163-022014

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



907 Titrando

Titratore di fascia alta per la titolazione Karl Fischer potenziometrica e volumetrica con due interfacce di misura e unità di dosaggio Dosino.

- fino a quattro sistemi di dosaggio del tipo 800 Dosino
- titolazione dinamica (DET), monotonica (MET) e a punto finale (SET), titolazioni enzimatiche e pH-STAT (STAT), titolazione Karl Fischer (KFT)
- elettrodi intelligenti "iTrode"
- Misura con elettrodi iono-selettivi (MEAS CONC)
- Funzioni di dosaggio con monitoraggio, trasferimento liquidi
- quattro connettori MSB per ulteriori agitatori o sistemi di dosaggio
- 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



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*TM, software per cromatografia MagIC Net, software per voltammetria viva oppure OMNIS.



Elettrodo iono-selettivo, Cu

Elettrodo rame-selettivo con membrana di cristallo.

Questo elettrodo iono-selettivo va utilizzato insieme a un elettrodo di riferimento ed è adatto per:

- Misure di ioni di Cu^{2+} (10^{-8} fino a $0,1 \text{ mol/L}$)
- Misure di ioni in volumi di campioni molto piccoli (profondità di immersione minima 1 mm)
- Titolazioni complessometriche con CuEDTA

Grazie allo stelo di plastica in EP robusto/a prova di rottura, questo sensore è molto resistente dal punto di vista meccanico.

Il set di lucidatura fornito in dotazione permette di pulire e rinnovare facilmente la superficie dell'elettrodo.



Elettrodo di riferimento LL ISE

Elettrodo di riferimento argento/cloruro di argento con sistema Double-Junction.

Questo elettrodo di riferimento è perfetto per:

- applicazioni automatiche
- misure di ioni
- titolazioni di surfattanti

Il diaframma a smeriglio insensibile allo sporco garantisce un efflusso di elettroliti costante e riproducibile. Inoltre l'elettrolita di riferimento ha una stabilità del segnale ancora migliore. Il sensore viene fornito con $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ come elettrolita intermedio, il quale tuttavia può essere scelto liberamente e sostituito.