



Application Note AN-T-131

Calcium, Magnesium und Gesamthärte in Wasser

Automatisierte Bestimmung mit der Cu-ISE und zwei verschiedenen Titrimitteln

Die Wasserhärte wird häufig photometrisch mit zwei verschiedenen Indikatoren und bei zwei unterschiedlichen pH-Werten bestimmt. Dies erfordert einen erheblichen Zeitaufwand, um den pH-Wert genau einzustellen. Die Bestimmung selbst ist subjektiv, da die Farbänderung vom Anwender und nicht von einem Analysegerät bestimmt wird, was zu Unterschieden zwischen verschiedenen Anwendern führen kann.

In dieser Application Note wird eine verlässlichere

Option für die einfache Bestimmung des Calcium- und Magnesiumgehalts sowie der Gesamthärte von Wasser mit der Cu-ISE und zwei verschiedenen Titrimitteln vorgestellt. Die Probenvorbereitung ist für beide Analysen identisch und kann daher problemlos automatisiert erfolgen. Auch die Cu-ISE ist einfach zu handhaben. Außerdem ist die Analyse nicht mehr subjektiv, wodurch sowohl die Präzision als auch die Wiederholbarkeit der Ergebnisse verbessert werden.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Diese Anwendung wird an Leitungswasser aus Herisau, Schweiz, demonstriert. Es enthält von Natur aus eine recht hohe Menge an Calcium- und Magnesiumionen.

EXPERIMENT

Die Analysen werden auf einem 815 Robotic USB Sample Processor XL in Kombination mit einem 907 Titrande und der *tiamo*TM Software durchgeführt. Zur Indikation wird eine Cu-ISE in Kombination mit einer Long Life ISE-Referenzelektrode verwendet.

Es müssen zwei Bestimmungen durchgeführt werden. Bei der ersten Titration mit EDTA wird die Summe von Calcium und Magnesium bestimmt, während bei der zweiten Titration mit EGTA nur das Calcium analysiert wird. Aus dieser Differenz lässt sich die Magnesiumhärte berechnen. Zur Anzeige des Äquivalenzpunktes in beiden Titrationen wird eine kleine Menge einer Cu-EDTA- oder Cu-EGTA-Lösung zugegeben.

Für diese Analyse ist keine Probenvorbereitung erforderlich. Für die eigentliche Analyse werden pro Anwendung ca. 100 ml Leitungswasser benötigt.



Abbildung 1. Titrande-System bestehend aus einem 815 Robotic USB Sample Processor XL in Kombination mit einem 907 Titrande.

ERGEBNISSE

Für beide Analysen erhält man scharfe Titrationskurven mit großer Potentialdifferenz. Die

Ergebnisse sind reproduzierbar wie in **Tabelle 1** dargestellt .

Tabelle 1. Ergebnisse der Bestimmung der Gesamt-, der Calcium- und der Magnesiumhärte (n = 5).

	Mittelwert / mmol/L	SD(abs)/ mmol/L	SD(rel) in %
Gesamthärte	3.517	0.020	0.57
Ca-Härte	2.547	0.012	0.47
Mg-Härte	0.971	0.009	0.94

ERGEBNISSE

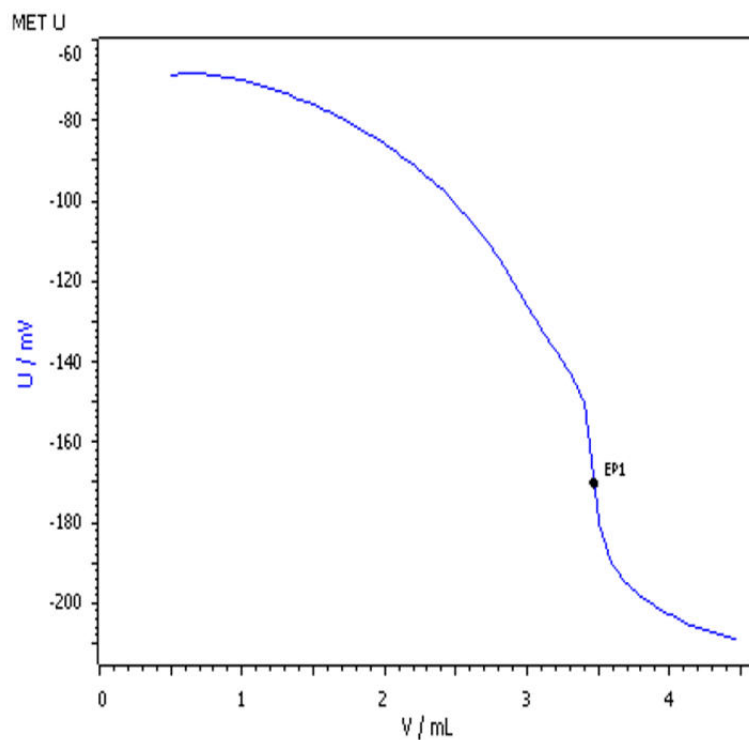


Abbildung 2. Beispielhafte Titrationskurve mit EDTA zur Bestimmung der Gesamthärte in einer Probe Herisauer Leitungswasser.

FAZIT

Diese Applikation zeigt die Möglichkeit einer objektiven, schnellen und zuverlässigen Bestimmung mit der Cu-ISE. Die Cu-ISE ist einfach zu handhaben, sobald die Leistung nachlässt, lässt sich ihre Oberfläche leicht polieren, was zu einer aufgefrischten Sensoroberfläche führt.

Da beide Analysen mit den gleichen Instrumenten

und Elektroden durchgeführt werden, lassen sie sich leicht automatisieren. Die Automatisierung führt zu präzisen und reproduzierbaren Ergebnissen. Noch mehr Zeit kann gespart werden, wenn die Analysen auf einem OMNIS-Probenroboter durchgeführt werden, bei dem parallele Analysen möglich sind.

Interne Referenz: AW TI CH1-1163-022014

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



907 Titrando

High-end-Titrator für die potentiometrische und volumetrische Karl-Fischer-Titration mit zwei Messinterfaces und Dosino-Dosiereinheiten.

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



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*TM, Chromatographiesoftware MagIC Net, Voltammetriesoftware *viva*, oder OMNIS.



Ionenselektive Elektrode, Cu

Kupferselektive Elektrode mit Kristallmembran.

Diese ISE muss in Kombination mit einer Referenzelektrode verwendet werden und eignet sich für:

- Ionenmessungen von Cu^{2+} (10^{-8} bis 0.1 mol/L)
- Ionenmessungen in sehr kleinen Probenvolumina (minimale Eintauchtiefe 1 mm)
- komplexometrische Titrations mit CuEDTA

Dank einem robusten/bruchsicheren Kunststoffschacht aus EP ist dieser Sensor mechanisch sehr belastbar.

Das mitgelieferte Polierset ermöglicht eine einfache Reinigung und Erneuerung der Elektrodenoberfläche.



LL ISE Referenzelektrode

Silber/Silberchlorid-Referenzelektrode mit Double-Junction System.

Diese Referenzelektrode eignet sich hervorragend für:

- automatisierte Anwendungen
- Ionenmessungen
- Tensidtitrationen

Das gegenüber Verschmutzung unempfindliche Schliffdiaphragma liefert einen konstanten und reproduzierbaren Elektrolytaustritt. Zudem wird der Referenzelektrolyt für noch bessere Signalstabilität geliert. Der Sensor wird mit $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ als Zwischenelektrolyt ausgeliefert, dieser kann aber je nach Verwendung frei gewählt und ausgetauscht werden.