



Application Note AN-T-221

SET titration of HPLC mobile phases

Automated timesaving pH adjustment of semi-aqueous media

High pressure liquid chromatography (HPLC) requires the use of a mobile phase – mostly consisting of semi-aqueous media. These kinds of media are challenging to titrate as the electrodes behave differently compared to when working with aqueous media. Laboratory analysts often remark that manual pH adjustment using a pH electrode is very time-consuming, resulting in long waiting times between additions until a stable pH is reached.

This Application Note presents the automatic pH adjustment of a mixture of acetonitrile, water, and triethylamine using a Metrohm titrator. The time

required to adjust the mobile phase pH has decreased from hours to approximately 10 minutes with the described setup. Additionally, the pH value at the end of the adjustment as well as the volume of titrant used can be automatically documented and traced for auditing purposes.

For accurate endpoint indication, the EtOH-Trode was used. This electrode has been specially designed to measure pH in nonaqueous solutions owing to its double junction system and special membrane glass.

This application is demonstrated on a solvent mixture composed of 1600 mL acetonitrile, 400 mL

deionized water, and 10 mL triethylamine.

EXPERIMENTAL

The analyses were carried out on an Eco Titrator in combination with the EtOH-Trode (**Figure 1**).

The determinations were performed on 200 mL aliquots of the solvent mixture.



Figure 1. Eco Titrator equipped with a EtOH-Trode for fast adjustment of the pH value.

The adjustment of the pH value was achieved within a matter of minutes, whereas manual pH adjustment took hours to complete. The obtained pH at the end of the titration was stable and reproducible.

Table 1. Volume needed for the adjustment of the pH value of 200 mL solvent mixture.

	pH 10	pH 7
Titrant volume	0.15 mL	0.95 mL

CONCLUSION

This application example shows how easily manual pH adjustments can be automated by choosing the right device and electrode. Moreover, automation

offers significant benefits for laboratories including time savings, increased precision, economical analysis, and traceability.

Internal reference: AW TI DE1-0810-032021

CONTACT

Metrohm France
13, avenue du Québec -
CS 90038
91978 VILLEBON
COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr

CONFIGURATION



Eco Titrator

L'Eco Titrator compact avec agitateur magnétique intégré et interface utilisateur tactile est idéal pour les analyses de routine. Il délivre toujours des résultats conformes aux BPL tout en occupant un minimum d'espace (env. DIN A4).

D'utilisation universelle pour pratiquement tous les titrages potentiométriques, comme

- les produits alimentaires : acidité, chlorure, vitamine C, iode et indice d'iode et de peroxyde des graisses
- les analyses de l'eau : dureté carbonatée et Ca/Mg, chlorure, sulfate, indice de permanganate
- la pétrochimie : indices d'acide ou d'alcalinité, sulfures et mercaptans, chlorure, indice de brome
- la galvanoplastie : acidité totale, teneur en métal, chlorure
- les analyses des tensioactifs : tensioactifs anioniques, cationiques et non-ioniques
- Photométrie avec l'Optrode : valeur p et m, métaux, dureté de l'eau



EtOH-Trode

Électrode pH combinée avec système à double jonction pour des mesures pH dans des milieux non aqueux (par exemple pour pHe dans l'éthanol).

Cette électrode est équipée d'un diaphragme rodé fixe insensible à la contamination, et l'électrolyte intermédiaire peut être choisi librement (aqueux ou non aqueux).

Lorsque du $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ est utilisé comme électrolyte intermédiaire, une conservation dans une solution de conservation est préconisée. Lorsqu'un autre électrolyte intermédiaire est utilisé, il convient de le conserver dans la solution d'électrolyte utilisée.

Les deux chambres pour l'électrolyte de référence (« INNER FILLING ») et l'électrolyte intermédiaire (« OUTER FILLING ») sont respectivement remplies de $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ à la livraison.