



Application Note AN-T-221

Titolazione SET di fasi mobili HPLC

Regolazione automatica del pH dei mezzi semi-acquosi per risparmiare tempo

La cromatografia liquida ad alta pressione (HPLC) richiede l'uso di una fase mobile, costituita principalmente da mezzi semi-acquosi. Questi tipi di mezzi sono difficili da titolare poiché gli elettrodi si comportano in modo diverso rispetto a quando si lavora con mezzi acquosi. Gli analisti di laboratorio spesso osservano che la regolazione manuale del pH utilizzando un elettrodo pH richiede molto tempo, con conseguenti lunghi tempi di attesa tra le aggiunte fino al raggiungimento di un pH stabile. Questa Application Note presenta la regolazione automatica del pH di una miscela di acetonitrile,

acqua e trietilamina utilizzando un titolatore Metrohm. Il tempo necessario per regolare il pH della fase mobile è diminuito da ore a circa 10 minuti con la configurazione descritta. Inoltre, il valore del pH al termine della regolazione e il volume di titolante utilizzato possono essere automaticamente documentati e tracciati a fini di audit. Per un'indicazione precisa dell'endpoint, è stato utilizzato EtOH-Trode. Questo elettrodo è stato appositamente progettato per misurare il pH in soluzioni non acquose grazie al suo sistema a doppia giunzione e alla speciale membrana di vetro.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Questa applicazione è dimostrata su una miscela di solventi composta da 1600 ml di acetonitrile, 400 ml

di acqua deionizzata e 10 ml di trietilammina.

ANALISI

Le analisi sono state eseguite su un Eco Titrator in combinazione con EtOH-Trode (Figura 1).

Le determinazioni sono state eseguite su aliquote di 200 mL della miscela di solventi.



Figure 1. Titolatore Eco dotato di EtOH-Trode per una rapida regolazione del valore del pH.

La regolazione del valore del pH è stata raggiunta in pochi minuti, mentre la regolazione manuale del pH ha richiesto ore per essere completata. Il pH ottenuto al termine della titolazione era stabile e riproducibile.

Tabella 1. Volume necessario per la regolazione del valore del pH di 200 ml di solvente miscela.

	pH 10	pH 7
Volume titolante	0,15 mL	0,95 mL

CONCLUSIONE

Questo esempio applicativo mostra come sia possibile automatizzare facilmente le regolazioni manuali del pH scegliendo il dispositivo e l'elettrodo giusto.

Inoltre, l'automazione offre vantaggi significativi ai laboratori, tra cui risparmio di tempo, maggiore precisione, analisi economica e tracciabilità.

Internal reference: AW TI DE1-0810-032021

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Eco Titrator

Il compatto Eco Titrator, con agitatore magnetico integrato e l'interfaccia utente tattile, è l'ideale per l'analisi di routine. Fornisce sempre risultati conformi alla Buona pratica di laboratorio con il minimo ingombro (circa DIN A4).

Utilizzabile in modo universale per quasi tutte le titolazioni potenziometriche, come ad es.

- Alimenti: contenuto acido, cloruro, vitamina C, numero di iodio e di perossidi dei grassi
- Analisi dell'acqua: durezza carbonatica e Ca/Mg, cloruro, solfato, indice di permanganato
- Petrochimica: numero acido/basico, solfuro e mercaptano, cloruro, indice di bromo
- Galvanostegia: acidi totali, contenuto di metalli, cloruro
- Analisi dei tensioattivi: tensioattivi anionici, cationici e non ionici
- Fotometria con Optrode: valore p ed m, metalli, durezza dell'acqua



EtOH-Trode

Elettrodo per pH combinato con Double Junction System per misure del pH in mezzi non acquosi (ad es. per pH in etanolo).

L'elettrodo è dotato di un diaframma fisso a smeriglio insensibile allo sporco ed è possibile scegliere liberamente l'elettrolita intermedio (acquoso o non acquoso).

In caso di utilizzo di $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ come elettrolita intermedio, si raccomanda la conservazione in una soluzione di conservazione. In caso di utilizzo di un altro elettrolita intermedio, si raccomanda la conservazione nella soluzione per elettrolita utilizzata.

Entrambe le camere dell'elettrolita di riferimento ("INNER FILLING", riempimento interno) e dell'elettrolita intermedio ("OUTER FILLING", riempimento esterno) sono riempite, al momento della fornitura, ciascuna con $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$.