



Application Note AN-T-221

SET-Titration von HPLC-Mobilphasen

Automatisierte, zeitsparende pH-Einstellung halbwässriger Medien

Die Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC) erfordert die Verwendung einer mobilen Phase – meist bestehend aus halbwässrigen Medien. Die Titration dieser Art von Medien stellt eine Herausforderung dar, da sich die Elektroden anders verhalten als bei der Arbeit mit wässrigen Medien. Laboranalytiker weisen häufig darauf hin, dass die manuelle pH-Wert-Einstellung mithilfe einer pH-Elektrode sehr zeitaufwändig ist und lange Wartezeiten zwischen den Zugaben bis zum Erreichen eines stabilen pH-Werts zur Folge hat.

In dieser Application Note wird die automatische pH-Einstellung einer Mischung aus Acetonitril, Wasser

und Triethylamin mithilfe eines Metrohm-Titrators vorgestellt. Die zum Einstellen des pH-Werts der mobilen Phase erforderliche Zeit hat sich mit dem beschriebenen Aufbau von Stunden auf etwa 10 Minuten verringert. Zusätzlich können der pH-Wert am Ende der Justierung sowie die Menge des verwendeten Titriermittels automatisch dokumentiert und zu Prüfzwecken nachverfolgt werden.

Zur genauen Endpunktanzeige wurde die EtOH-Trode verwendet. Diese Elektrode wurde aufgrund ihres Double-junction-Diaphragmas und des speziellen Membranglases speziell für die Messung des pH-Werts in nichtwässrigen Lösungen entwickelt.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Diese Anwendung wird an einem Lösungsmittelgemisch bestehend aus 1600 ml

Acetonitril, 400 ml entionisiertem Wasser und 10 ml Triethylamin erklärt.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Analysen wurden auf einem Eco Titrator in Kombination mit der EtOH-Trode durchgeführt (Abbildung 1).

Die Bestimmungen wurden an 200-ml-Aliquoten des Lösungsmittelgemisches durchgeführt.



Abbildung 1. Eco-Titrator ausgestattet mit einer EtOH-Trode zur schnellen Einstellung des pH-Wertes.

Die Anpassung des pH-Wertes erfolgte innerhalb weniger Minuten, wohingegen die manuelle pH-Wert-Einstellung Stunden in Anspruch nahm. Der erhaltene pH-Wert am Ende der Titration war stabil und reproduzierbar.

Tabelle 1. Benötigtes Volumen zur Einstellung des pH-Wertes von 200 ml Lösungsmittel Mischung.

	pH-Wert 10	pH-Wert 7
Titriermittelvolumen	0,15 ml	0,95 ml

FAZIT

Dieses Anwendungsbeispiel zeigt, wie einfach manuelle pH-Anpassungen durch die Wahl des richtigen Geräts und der richtigen Elektrode automatisiert werden können. Darüber hinaus bietet

die Automatisierung erhebliche Vorteile für Labore, darunter Zeitersparnis, erhöhte Präzision, Wirtschaftlichkeit und Rückverfolgbarkeit.

Interne Referenz: AW TI DE1-0810-032021

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

KONFIGURATION



Eco Titrator

Der kompakte Eco Titrator mit eingebautem Magnetrührer und touch-sensitivem User Interface ist ideal für die Routineanalytik. Er liefert jederzeit GLP-konforme Ergebnisse bei minimalem Platzbedarf (ca. DIN A4).

Universell einsetzbar für nahezu alle potentiometrischen Titrationen, wie z.B.

- Lebensmittel: Säuregehalt, Chlorid, Vitamin C, Iod & Peroxidzahl von Fetten
- Wasseranalytik: Carbonat- und Ca/Mg-Härte, Chlorid, Sulfat, Permanganatindex
- Petrochemie: Säure-/Basenzahl, Sulfid & Mercaptane, Chlorid, Bromzahl
- Galvanik: Gesamtsäure, Metallgehalt, Chlorid
- Tensidanalytik: Anionische, kationische und nichtionische Tenside
- Photometrie mit der Optrode: p- und m-Wert, Metalle, Wasserhärte



EtOH-Trode

Kombinierte pH-Elektrode mit Double Junction System für pH-Messungen in nichtwässrigen Medien (z.B. für pHe in Ethanol).

Die Elektrode ist mit einem gegen Verschmutzung unempfindlichen Festschliffdiaphragma ausgestattet, und der Zwischenelektrolyt kann frei gewählt werden (wässrig oder nichtwässrig).

Bei Verwendung von $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ als Zwischenelektrolyt wird die Aufbewahrung in Aufbewahrungslösung empfohlen. Bei Verwendung eines anderen Zwischenelektrolyten, wird die Aufbewahrung in der jeweils verwendeten Elektrolytlösung empfohlen.

Die beiden Kammern für Referenzelektrolyt ("INNER FILLING") und Zwischenelektrolyt ("OUTER FILLING") sind bei Auslieferung jeweils mit $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/l}$ befüllt.