



Application Note AN-T-221

Valoración SET de fases móviles de HPLC

Ajuste automatizado del pH de los medios semiacuosos que ahorra tiempo

La cromatografía líquida de alta presión (HPLC) requiere el uso de una fase móvil, que consiste principalmente en medios semiacuosos. Estos tipos de medios son difíciles de valorar, ya que los electrodos se comportan de manera diferente en comparación con cuando se trabaja con medios acuosos. Los analistas de laboratorio a menudo comentan que el ajuste manual del pH con un electrodo de pH requiere mucho tiempo, lo que genera largos tiempos de espera entre las adiciones hasta que se alcanza un pH estable.

Esta nota de aplicación presenta el ajuste automático del pH de una mezcla de acetonitrilo, agua y

trietilamina utilizando un titulador Metrohm. El tiempo requerido para ajustar el pH de la fase móvil ha disminuido de horas a aproximadamente 10 minutos con la configuración descrita. Además, el valor de pH al final del ajuste, así como el volumen de titulador utilizado, se pueden documentar y rastrear automáticamente para fines de auditoría.

Para una indicación precisa del punto final, se utilizó EtOH-Trode. Este electrodo ha sido especialmente diseñado para medir el pH en soluciones no acuosas debido a su sistema de doble unión y membrana de vidrio especial.

MUESTRA Y PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Esta aplicación se demuestra en una mezcla de solventes compuesta por 1600 ml de acetonitrilo, 400

ml de agua desionizada y 10 ml de trietilamina.

EXPERIENCIA

Los análisis se llevaron a cabo en un Eco Titrator en combinación con el EtOH-Trode (Figura 1).

Las determinaciones se realizaron en alícuotas de 200 mL de la mezcla de solventes.

El ajuste del valor del pH se logró en cuestión de minutos, mientras que el ajuste manual del pH tardó horas en completarse. El pH obtenido al final de la titulación fue estable y reproducible.

Tabla 1. Volumen necesario para el ajuste del valor de pH de 200 ml de disolvente mezcla.

	pH 10	pH 7
Volumen de valorante	0,15 mL	0,95 mL

CONCLUSIÓN

Este ejemplo de aplicación muestra la facilidad con la que se pueden automatizar los ajustes manuales de pH eligiendo el dispositivo y el electrodo correctos. Además, la automatización ofrece beneficios

significativos para los laboratorios, incluido el ahorro de tiempo, mayor precisión, análisis económico y trazabilidad.

Internal reference: AW TI DE1-0810-032021

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



Eco Titrator

El compacto Eco Titrator con agitador magnético incorporado e interfaz de usuario sensible al tacto es ideal para el análisis rutinario. Ofrece siempre resultados conformes a las normas PCL en un espacio mínimo (aprox. DIN A4).

De aplicación universal para casi todas las titulaciones potenciométricas, por ejemplo,

- Alimentos: acidez, cloruros, vitamina C, índice de yodo y peróxido de grasas
- Análisis de agua: carbonato y dureza Ca/Mg, cloruros, sulfatos, índice de permanganato
- Petroquímica: índice ácido/base, sulfuros y mercaptanos, cloruros, número de bromo
- Galvanoplastia: acidez total, contenido de metales, cloruros
- Análisis de tensioactivos: aniónicos, catiónicos y no iónicos
- Fotometría con el Optrode: valores p y m, metales, dureza del agua



EtOH-Trode

Electrodo pH combinado con sistema de doble unión para medidas de pH en medios no acuosos (por ejemplo, para pHe en etanol).

El electrodo está equipado con un diafragma esmerilado fijo resistente a la contaminación y el electrolito intermedio puede seleccionarse libremente (acuoso o no acuoso).

Con el uso de $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ como electrolito intermedio se recomienda la conservación en una solución de conservación. Si se utiliza otro electrolito intermedio, se recomienda la conservación en la solución de electrolito utilizada en cada caso.

Ambas cámaras para el electrolito de referencia ("SOLUCIÓN INTERIOR") y el electrolito intermedio ("SOLUCIÓN EXTERIOR") se entregan llenas cada una con $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$.