



Application Note AN-T-221

Titration SET des phases mobiles HPLC

Ajustement automatisé et rapide du pH des milieux semi-aqueux

La chromatographie liquide à haute pression (HPLC) nécessite l'utilisation d'une phase mobile, le plus souvent constituée de milieux semi-aqueux. Ces types de milieux sont difficiles à titrer car les électrodes se comportent différemment par rapport aux milieux aqueux. Les analystes de laboratoire remarquent souvent que l'ajustement manuel du pH à l'aide d'une électrode de pH prend beaucoup de temps, ce qui entraîne de longues périodes d'attente entre les ajouts jusqu'à ce qu'un pH stable soit atteint. Cette note d'application présente l'ajustement automatique du pH d'un mélange d'acétonitrile, d'eau et de triéthylamine à l'aide d'un titrateur

Metrohm. Le temps nécessaire pour ajuster le pH de la phase mobile est passé de plusieurs heures à environ 10 minutes avec la configuration décrite. En outre, la valeur du pH à la fin de l'ajustement ainsi que le volume de titrant utilisé peuvent être automatiquement documentés et tracés à des fins d'audit.

Pour une indication précise du point final, la sonde EtOH a été utilisée. Cette électrode a été spécialement conçue pour mesurer le pH dans les solutions non aqueuses grâce à son système de double jonction et à sa membrane de verre spéciale.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

Cette application est démontrée sur un mélange de solvants composé de 1600 ml d'acétonitrile, 400 ml

d'eau déionisée et 10 ml de triéthylamine.

EXPERIMENTAL

Les analyses ont été effectuées sur un titrateur Eco en combinaison avec le EtOH-Trode (Figure 1).

Les déterminations ont été effectuées sur des aliquotes de 200 ml du mélange de solvants.

L'ajustement de la valeur du pH a été réalisé en quelques minutes, alors que l'ajustement manuel du pH prenait des heures. Le pH obtenu à la fin du titrage est stable et reproductible.

Tableau 1. Volume nécessaire à l'ajustement du pH de 200 ml de mélange de solvants.

	pH 10	pH 7
Titrant volume	0.15 mL	0.95 mL

CONCLUSION

Cet exemple d'application montre comment les ajustements manuels du pH peuvent être facilement automatisés en choisissant l'appareil et l'électrode appropriés. De plus, l'automatisation offre des

avantages significatifs pour les laboratoires, notamment un gain de temps, une précision accrue, une analyse économique et la tracabilité.

Internal reference: AW TI DE1-0810-032021

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

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'iodure 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 remplis de $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ à la livraison.