

# HÍRLEVÉL

## LAMBDA-ELAN

ELEKTROANALITIKAI KFT

2023. áprilisi hírlevelünk

A LAMBDA-ELAN Kft. új technikája a térfogatos titrálások pontosságának, reprodukálóképességének és sebességének lényeges továbbfejlesztésére:

### **A Kétfázisú Precíziós Térfogatos Titrálás alap gondolatának ismertetése:**

Az új mérési módszer célja az automata térfogatos titrálók fejlődésében tapasztalt évtizedes stagnálás után érdemi előrelépést elérni a titrálások pontosságában (reprodukáló képességében) és titrálási idejében.

Az ötlet abból a felismerésből indult ki, hogy a legmodernebb automata térfogatos titrálók bűretta-hajtásán végrehajtott finommechanikai fejlesztések nyomán elért tekintélyes felbontás javulás szinte egyáltalán nem érzékelhető az ilyen modern titrálók reprodukáló képességének javulásában. Sőt gyakran a kellő műszaki tájékozottsággal nem rendelkező, a rendszer működésébe kellő mélységben bele nem látó felhasználók által helytelenül választott beállítási paraméterek következtében a nagyobb felbontású dugattyú-hajtás a titrálási idő szignifikáns növekedését és egyúttal a reprodukáló képesség határozott leromlását is eredményezheti! Ez a jelenség a bűrettahegyre szerelt lábszelep (visszacsapó szelep) véges megszólalási érzékenységének következménye. A bűrettahegy lábszelepe a folyamatos diffúzió megakadályozására szolgál, amelyet az esetek többségében sajnos a gyártók nem fejlesztettek (fejleszthettek) a dugattyú-hajtás felbontásával párhuzamosan és arányosan. A megnövelt felbontású dugattyú-hajtással működő legmodernebb automatikus titrálók estén (10 000 lépés/bűretta térfogat felett) ugyanis a precíz inflexió kereséshez használt, beállítható legkisebb térfogatlépcső már jóval kisebb, mint az a minimális térfogatmunka, amelyre a lábszelep még biztonsággal nyitni tud.



Az új mérési módszer megnevezésének általunk bevezetni javasolt nemzetközi rövidítése: DPPVT (Dual Phase Precision Volumetric Titration). Az ötlet alapja, hogy a titráló szer adagolás felbontásának növelésére a hagyományos bűretta lábszelep használata mellett egy a titrálás utolsó, végpont-keresési fázisában használt második, hígabb titráló oldatot

alkalmazunk egy második bürettával, szinte bármilyen típusú térfogatós titrálás esetén. Az "előtitrálást" végző nagyobb koncentrációjú titráló szer (pretitrant) adagolása az első, viszonylag nagy térfogatú bürettából történhet (10, 20, vagy akár 50 mL), a lábszelep nyitását garantáló elég nagy minimális térfogatlépcsők alkalmazása mellett ( $\geq 4 - 10 \mu\text{l}$ ). A második, a precíz végpont-keresést szolgáló fázisban adagolt jóval hígabb titráló oldatot (final titrant) egy második, az elsőnél lényegesen kisebb térfogatú büretta (1, 2, vagy 5 mL) adagolja. Az ún. előtitrálást tehát egy viszonylag nagy térfogatú büretta végzi egy nagyobb koncentrációjú (magasabb hatóértékű) előtitráló oldattal. Az előtitrálás kontroll paramétereit úgy állítjuk be, hogy a titrálási görbe letörésének ("könyökének") már a kezdetén leálljon. Ezt rögtön követi a második, nagy pontosságú végpont-kereső titrálási fázis, amelyben egy hígabb titráló szert egy kisebb térfogatú bürettából adagolunk. A hígabb második titráló oldat (final titrant) biztosítja a büretta lábszelep még üzembiztos működését garantáló viszonylag nagy minimális térfogatlépcsők használata mellett is a lényegesen jobb titráló szer adagolási felbontást a nagy pontosságú végpont meghatározáshoz. A pontos eredményszámításhoz természetesen figyelembe vesszük mindkét titráló oldat fogyását a megfelelő faktorokkal.

A hígabb, második fázisban használt titráló oldat (final titrant) faktorozását a megszokott, hagyományos módon végezzük el, a töményebb előtitráló oldat használata nélkül, még mielőtt annak (pretitrant) faktorozásába belekezdենék. Az előtitráló oldat faktorozásánál a lehető legnagyobb pontosság biztosítása érdekében viszont használjuk a Kétfázisú Precíziós Térfogatós Titrálási technikát, amelyben a faktor, vagy titer számításánál ugyancsak mindkét oldat fogyását figyelembe vesszük, a hígabb titráló oldat esetén már az imént meghatározott friss faktor (vagy titer) értékének felhasználásával. Az általunk javasolt legalább három párhuzamos előtitráló oldat faktorozó titrálásnál a használt (ismert koncentrációjú) standard minta beméréseit úgy választjuk meg, hogy az előtitráló oldat fogyása a büretta végtérfogatának rendre hozzávetőlegesen a 25, 50, illetve 75 százaléka legyen. Ez a technika lehetővé teszi, hogy a vízérték meghatározások alkalmával detektálhassuk az esetleg felmerülő rendszeres mérési hibát is.

A Kétfázisú Precíziós Térfogatós Titrálási módszer egyértelmű előnyei a jobb reprodukáló képesség és a lényegesen rövidebb titrálási idő még nagyon nagy minta hatóanyag koncentrációk esetén is. A legtöbb titrálási módszernél az előtitrálási fázis paramétereit beállíthatók úgy, hogy alacsony minta koncentrációk esetén az előtitrálási fázis el se induljon, a vezérlés rögtön a második, végpont-kereső fázist indítsa.

A mérési elv működőképességét igazoltuk egy olyan térfogatós KF-titráló rendszerrel, amelyben egy Metrohm 758 KFD Titrínó egy 685 típusú Dozimattal kiegészítve a TIP módszer segítségével biztosította a két titrálási fázis (pretitration & final titration) automatikus szekvenciában történő végrehajtását. Az előtitráláshoz használt KF-oldat HYDRANAL Composite 5 volt a Titrínón működő 20 mL-es büretta feltét igénybevételével, a precíz végpont-keresést biztosító hígabb KF-oldat HYDRANAL Composite 1 volt a Dozimaton elhelyezett 5 mL-es büretta feltét működtetésével. A kapott eredmények nagyon meggyőzőek voltak. (Lásd: [2023\\_Aprilis-Korlev\\_2.pdf](#) fájlt)

**Automatizált vízérték meghatározás:** A fent leírt kétfázisú precíziós térfogatós KF-titrálórendszert később kiegészítettük egy második 685 típusú Dozimattal is, ami a kétféle KF-oldat egymást követő vízérték-meghatározását automatizálja úgy, hogy Honeywell víz standard oldatot (34813 HYDRANAL Water-Standard 5.00 - tanúsított 0,5% víztartalom) adagol automatikusan minden vízérték meghatározására szolgáló titrálás előtt a titráló cellába a manuális, analitikai mérlegben alapuló bemérések helyett. A faktorozási módszert úgy írtuk meg, hogy bekapcsolás után buborékmentesítés és a folyadékszintek manuális ellenőrzése után automatikusan hozzáállson a kétféle KF-oldat vízértékének egymás utáni meghatározásához előírt számú párhuzamos titrálással. A módszer automatikusan ellenőrzi a két vízértékre kapott párhuzamos mérések relatív szórását, és ha azok közül valamelyik kiesik a számára megengedett tűréshatárból, hibajelzéssel és a kapott eredmények kinyomtatásával leáll. Ha tűrésen belüli szórásokat és vízértékeket kap, jelzi hogy mérésre kész. Az itt leírt rendszer kiegészítve egy speciálisan KF-titrálásokhoz fejlesztett Metrohm mintaváltóval (Oven Sample Processors: 774, 874 típusok) kétségtelenül a világpiac jelenlegi legpontosabb és leggyorsabb víztartalom meghatározó robotja lenne.



Bármilyen felmerülő kérdése esetén forduljon hozzánk bizalommal!

Lambda-Elan Kft.

[www.lambda-elan.hu](http://www.lambda-elan.hu)  
[www.titralo.hu](http://www.titralo.hu)

1041, Budapest, Nyár u. 130.

Telefonszám: 06-1-200-5111

E-mail cím: [lambda.elan.kft@gmail.com](mailto:lambda.elan.kft@gmail.com)  
[info@lambda-elan.hu](mailto:info@lambda-elan.hu)

© 2023 - Lambda-Elan Kft. - [UNSUBSCRIBE]