LAMBDA-ELAN Elektroanalitikai Kft.

LAMBDA-ELAN Elektroanalitikai Kft.	**E-mail:** info@lambda-elan.hu	www.lambda-elan.hu
Cím: H-1023 Budapest, Ürömi u. 25-29.	**Tel.:** (36) 1 200-51-11	**Fax.:** (36) 1 391-00-13

Budapest, 2012 Nov 26
János Erdélyi

Kétfázisú Precíziós Térfogatos Titrálás: 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 büretta-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 beállított módszerek esetében a nagyobb felbontású dugattyú-hajtás a reprodukáló képesség szignifikáns leromlását eredményezi! Ez a bürettahegyre szerelt lábszelep véges megszólalási érzékenységének következménye. A büretta lábszelep a folyamatos diffúzió megakadályozására szolgáló visszacsapó szelep, amelyet az esetek többségében sajnos a gyártók nem fejlesztettek a dugattyú-hajtással párhuzamosan és arányosan. A megnövelt felbontású dugattyú-hajtással működő legmodernebb automatikus titrálók estén 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 titrálószer adagolás felbontásának növelésére a hagyományos büretta lábszelep használata mellett egy a titrálás utolsó, végpont-keresési fázisában használt második, hígabb titráló oldatot alkalmazunk egy második bürettával, szinte bármilyen típusú térfogatos titrálás esetén. Az "előtitrálást" végző nagyobb koncentrációjú titrálószer (pretitrant) adagolása az első, viszonylag nagy térfogatú bürettából történhet (10, 20, vagy akár 50 mL). 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, vagy5 mL) adagolja. Az un. 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 könyökének már a kezdetén leálljon. Ezt rögtön követi a nagy pontosságú végpont-kereső, második titrálási fázis, amelyben egy hígabb titrálószert egy kisebb térfogatú bürettából adagolunk. A hígabb második titráló oldat (final titrant) biztosítja a büretta lábszelep még üzembiztos működését garantáló viszonylag nagy térfogatlépcsők használata mellett is a lényegesen jobb titrálószer adagolási felbontást a nagy pontosságú végpont-kereséshez. 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 belekezdenénk. Az előtitráló oldat faktorozásánál a lehető legnagyobb pontosság biztosítása érdekében viszont használjuk a Kétfázisú Precíziós Térfogatos 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 titrálásánál 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.

A Kétfázisú Precíziós Térfogatos Titrálási módszer egyértelmű előnyei a jobb reprodukáló képesség és a lényegesen rövidebb titrálási idő még nagyon nagy minta hatóanyag koncentrációk esetén is. A legtöbb titrimetriás módszernél az előtitrálási fázis paraméterei 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 már sikerült igazolnunk egy olyan térfogatos 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.

Automatizált vízérték meghatározás: A fent leírt kétfázisú precíziós térfogatos KF-titrálórendszert később kiegészítettük egy második 685 típusú Dozimattal is, ami a kétféle KF-oldat egymást követő vízérték-meghatározását automatizálja úgy, hogy Riedel de Haen 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 mérlegen alapuló bemérések helyett. A faktorozási módszert úgy írtuk meg, hogy bekapcsolás után buborékmentesítés és a folyadékszintek manuális ellenőrzése után automatikusan hozzálásson 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.

A mérési összeállítás ugyanúgy kialakítható más Titrínó/Titrandó, illetve Dozimat/ Dozínó típusokkal is:

- 736 GP Titrínó, 751 GPD Titrínó, 758 KFD Titrínó, 795 KFT Titrínó, 798 MPT Titrínó és 799 GPT Titrínó akár 685 Dozimattal (Dozimatokkal), akár 700 Dozínóval (Dozínókkal) kiegészítve.

- 808 Titrandó, 835 és 836 Titrandók, 841KF Titrando, 857 Titrando, 888 és 890 Titrandók, 905, 906, 907 és 908 Titrandók mind Touch Control, mind Tiamo vezérléssel akár 805 Dozimattal (Dozimatokkal), akár 800 Dozínóval (Dozínókkal) kiegészítve.