

Решение проблем при титровании

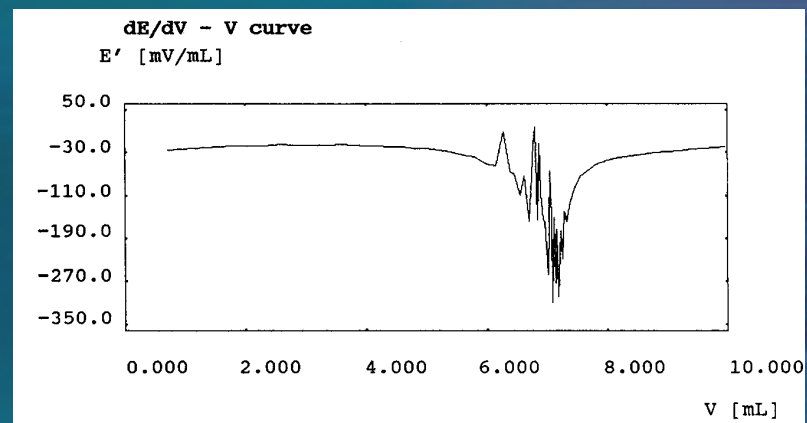
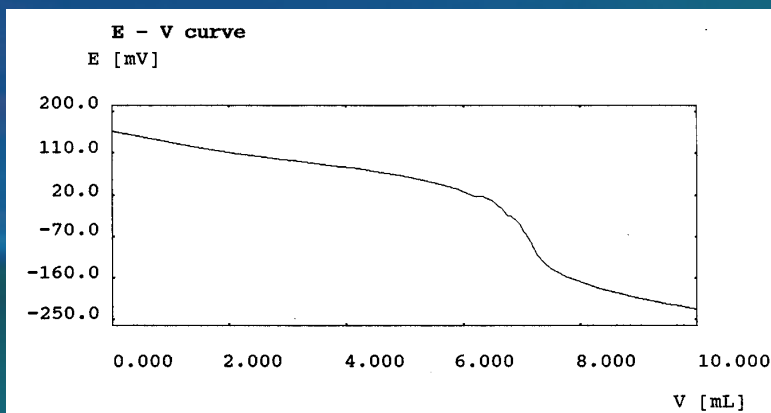
Вопрос 1

- Титрование NaOH 0.01 mol/L по стандартным параметрам. Электрод: DG111

Параметры титрования:

DYN: ΔE [set] = 8 mV; $\Delta V(\text{min})$ = 0.02 mL; $\Delta V(\text{max})$ = 0.2 mL

EQU: ΔE [mV] = 0.5 mV; Δt = 1.0 s; $\Delta t(\text{min})$ = 3 s; $\Delta t(\text{max})$ = 30 s

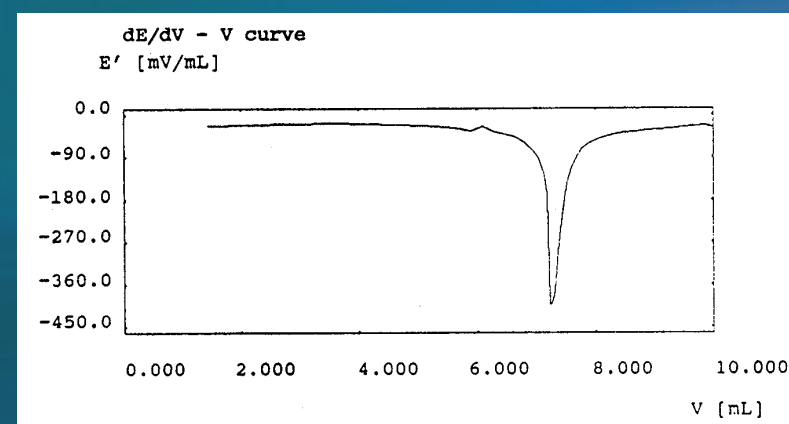
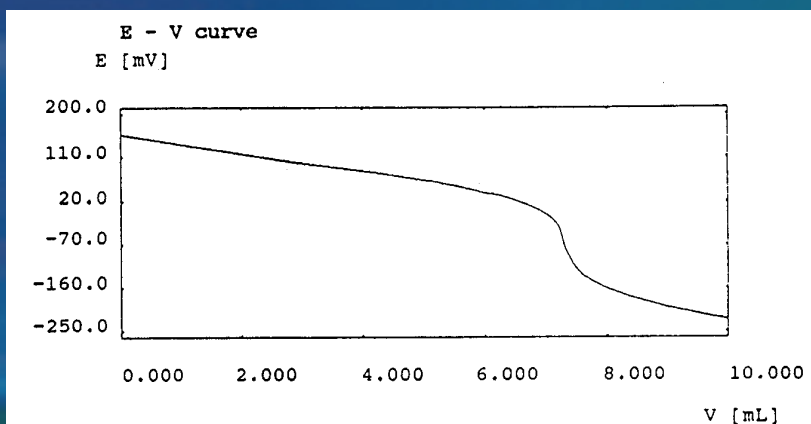


Что можно изменить, чтобы улучшить кривую?

Решение 1

- Титрование NaOH 0.01 mol/L по стандартным параметрам. Электрод: DG111

$\Delta V(\text{min})$ изменяем с 0.02 mL до 0.04 mL.



При низкой концентрации титранта ($< 0.01 \text{ mol/L}$) используйте больший $\Delta V(\text{min})$.

Control Parameter and Evaluation

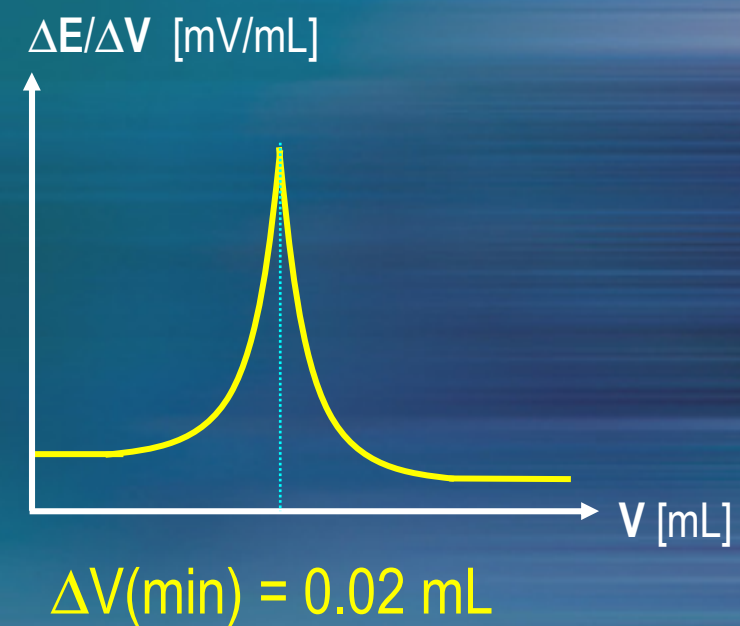
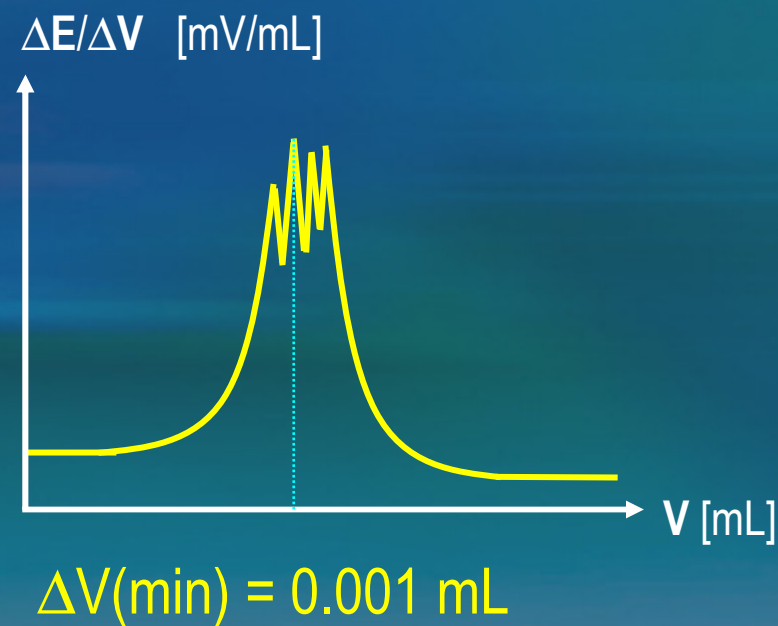
■ Размер инкремента и воспроизводимость

Титрования ионов серебра NaCl 0.1 mol/L. Электрод: DM141

Параметры титрования:

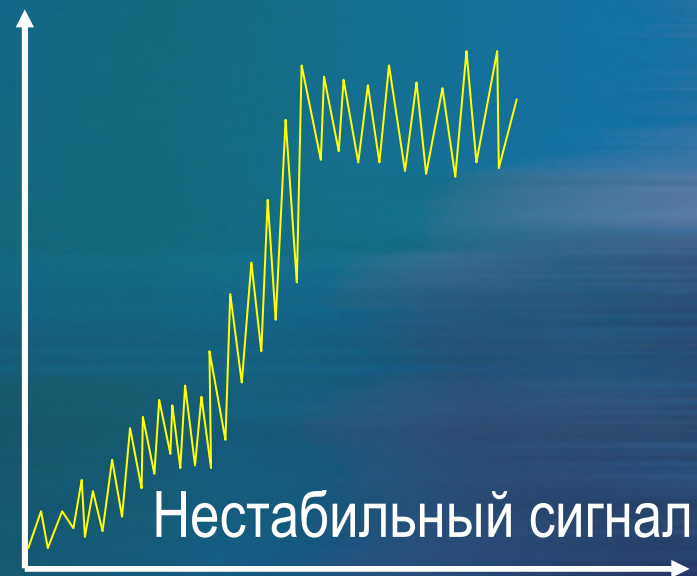
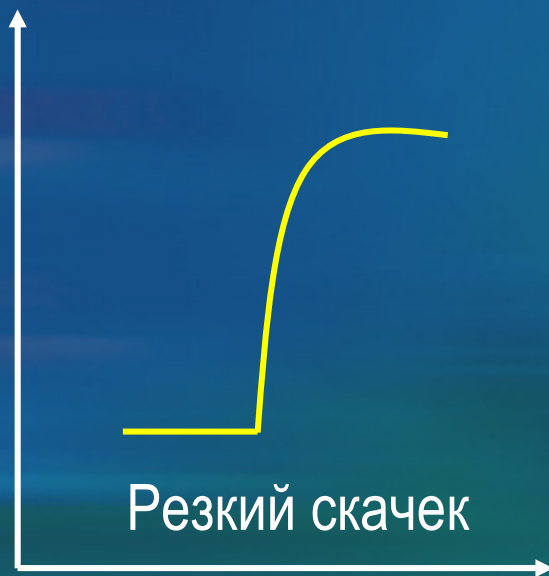
ΔE [set] = 8 mV; $\Delta V(\text{min})$ = **different**; $\Delta V(\text{max})$ = 0.2 mL

ΔE [mV] = 0.5 mV; Δt = 2.0 s; $\Delta t(\text{min})$ = 3 s; $\Delta t(\text{max})$ = 30 s



Вопрос 2

- В некоторых случаях не возможно использование динамического добавления титранта. Что тогда делать?



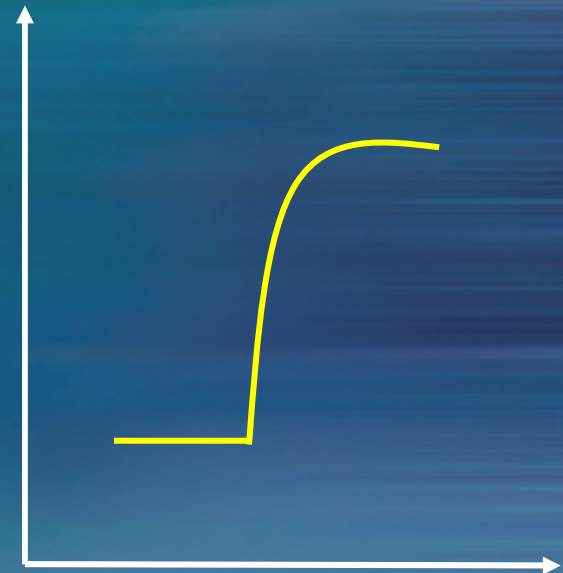
- Что можно сделать, чтобы уменьшить время титрования в этих случаях?

Решение 2

- Фиксированный инкремент / контроль по равновесию
- Для кривых с **резким скачком**

- Кислотно-основное титрование в неводных средах
- Комплексометрическое титрование с фотометрической индикацией
- Redox титрование

Используйте предтитрования для
уменьшения времени анализа!



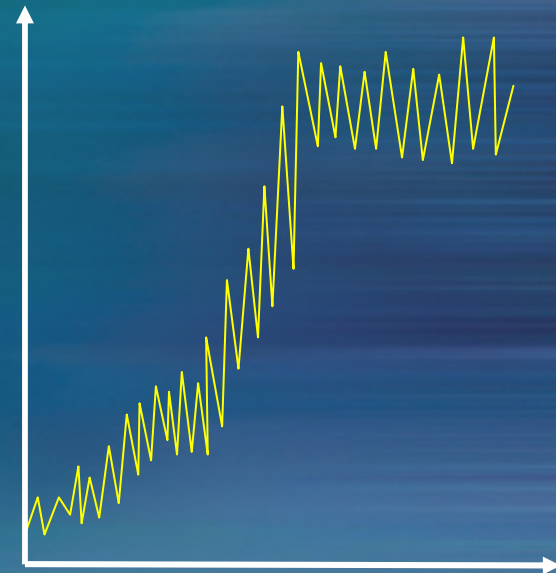
Решение 2

■ Фиксированный инкремент / временной инкремент TFIX

➤ Для кривых с **нестабильным сигналом**

- Кислотно-основное титрование в неводных средах
- Аргентометрия в неводных средах

Используйте предтитрования для уменьшения времени анализа!

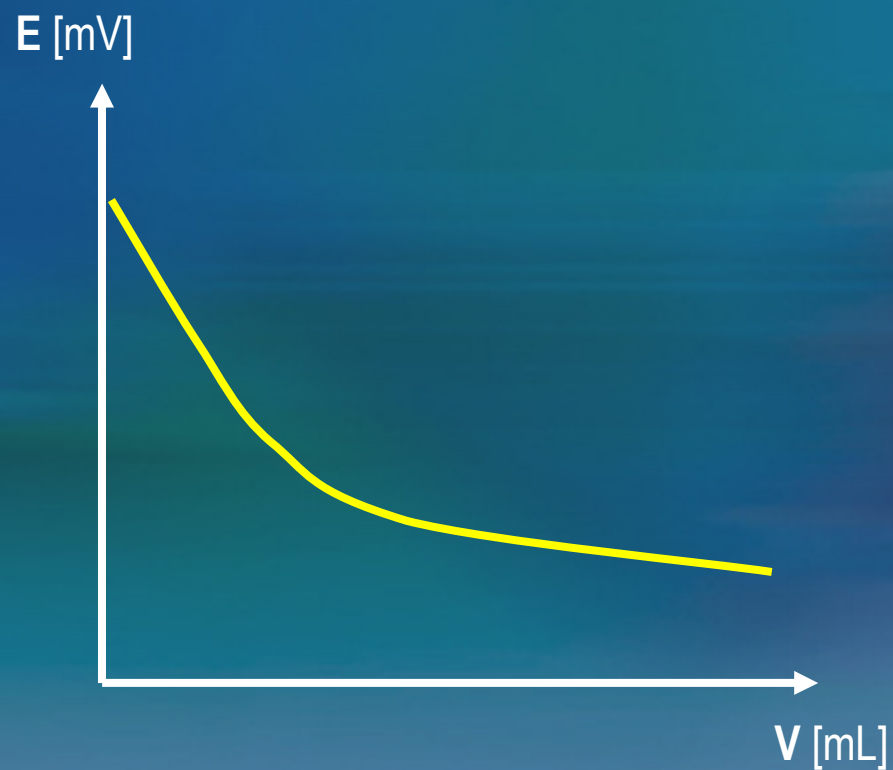


Вопрос 3

- Кривая не может быть обцитана. Почему?

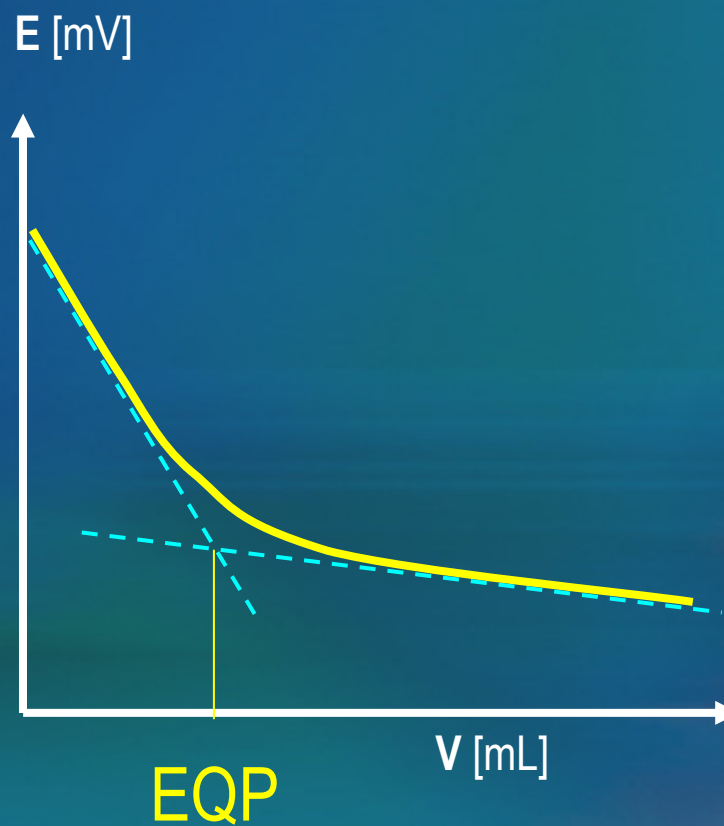
Инкременты: $\Delta V = 0.1 \text{ mL}$

Обработка: стандартная



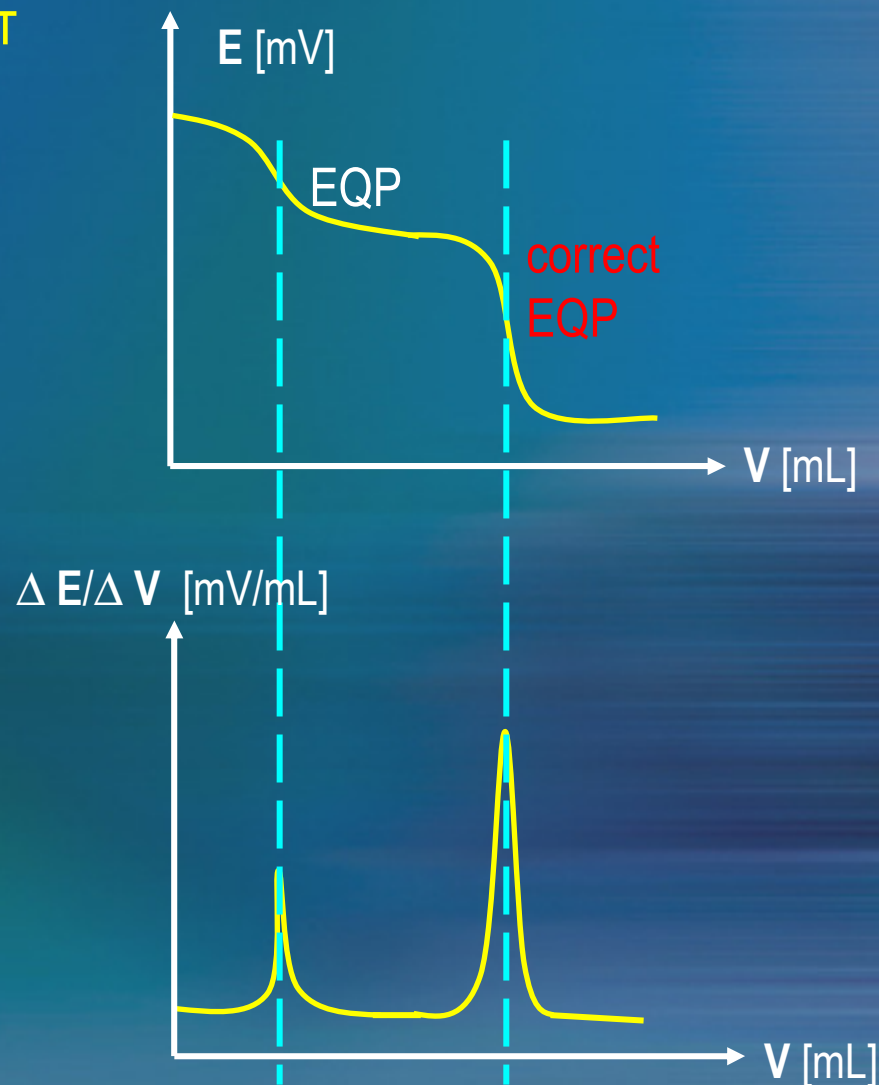
Решение 3

- Используйте сегментный метод обработки



Вопрос 4

- Кривая титрования имеет два скачка, нам нужен второй. Как поступить?

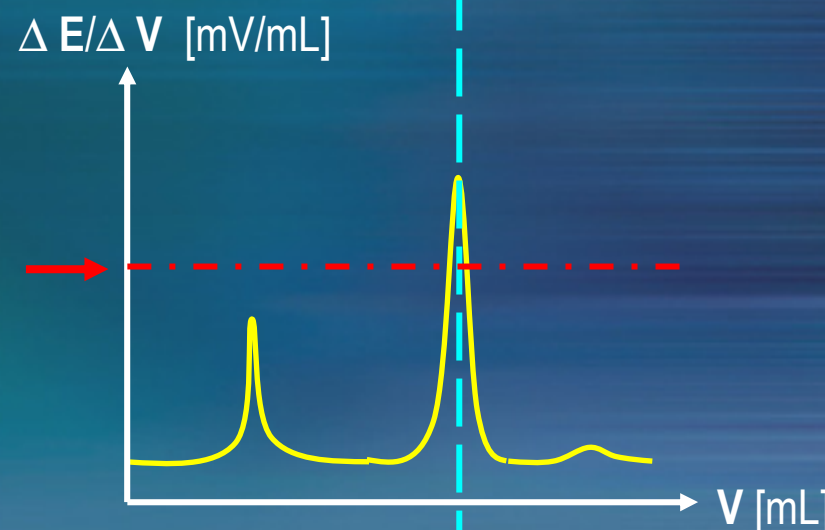
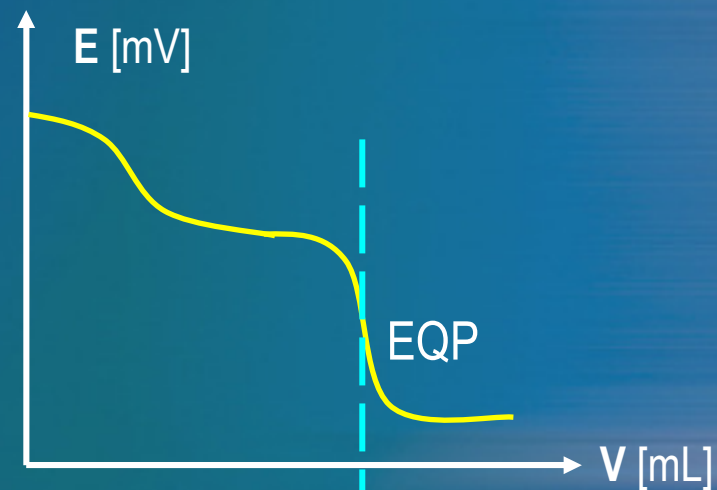


Решение 4

■ Порог

- Небольшие скачки на кривой не определяются как точка эквивалентности.

Значение порога:
50 – 70 % от значения 1-й производной.



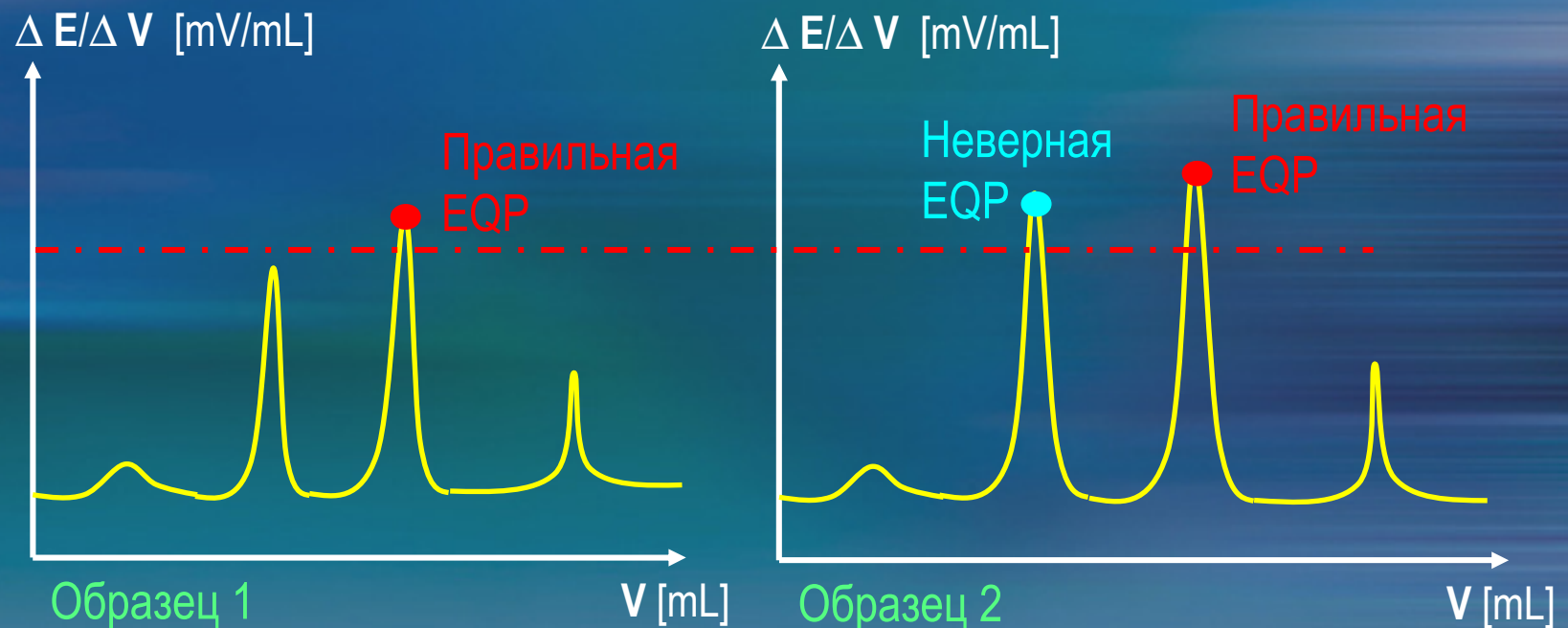
Значение порога

Таблица измеренных значений

	Volume mL	Increment mL	Signal mV	Change mV	1 st deriv. mV/mL	Time min:s
ET1	0.0000		962.4			0:06
	2.5710	2.5710	891.3	-71.1	-27.6	0:18
ET2	3.8560	1.2850	801.3	-90.0	-70.1	0:41
	4.5000	0.6440	625.7	-175.6	-272.6	1:03
	4.5500	0.0500	585.3	-40.4	-807.8	1:23
	4.6000	0.0500	546.6	-38.8	-775.4	1:43
	4.6500	0.0500	507.1	-39.5	-789.7	2:04
	4.7000	0.0500	474.4	-32.6	-652.7	2:24
	4.7500	0.0500	441.5	-33.0	-659.1	2:44
	4.8000	0.0500	406.5	-35.0	-700.5	3:05
	4.8500	0.0500	369.5	-37.0	-739.3	3:25
	4.9000	0.0500	323.2	-46.3	-925.4	3:45
EQP1	4.9500	0.0500	245.9	-77.3	-1545.7	4:06
	5.0000	0.0500	96.5	-149.4	-2988.0	4:26
	5.0500	0.0500	51.4	-45.1	-902.1	4:47
	5.1000	0.0500	33.8	-17.6	-352.8	5:07

Вопрос 5

- На кривой титрования много пиков. Величина пиков изменяется от образца к образцу. Значение порога не помогает. Нужная EQP всегда имеет наибольший скачек. Что делать?



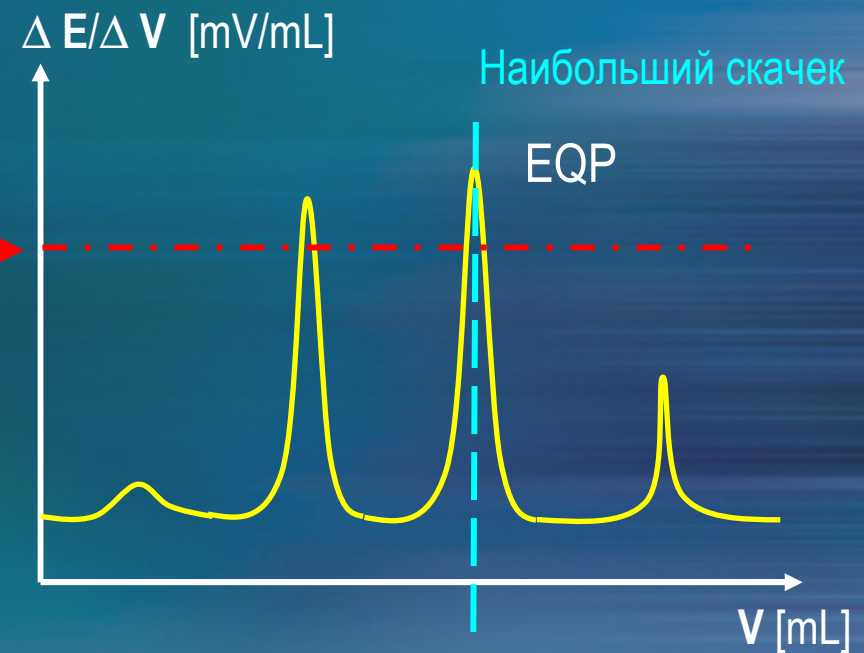
Решение 5

■ Наибольший скачек

- Позволяет не учитывать меньшие скачки.
В большинстве случаев
наибольший скачек нужна EQP!

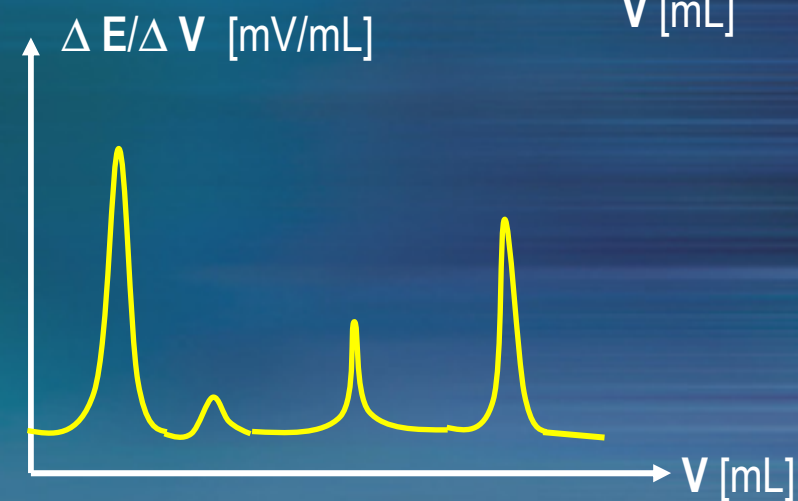
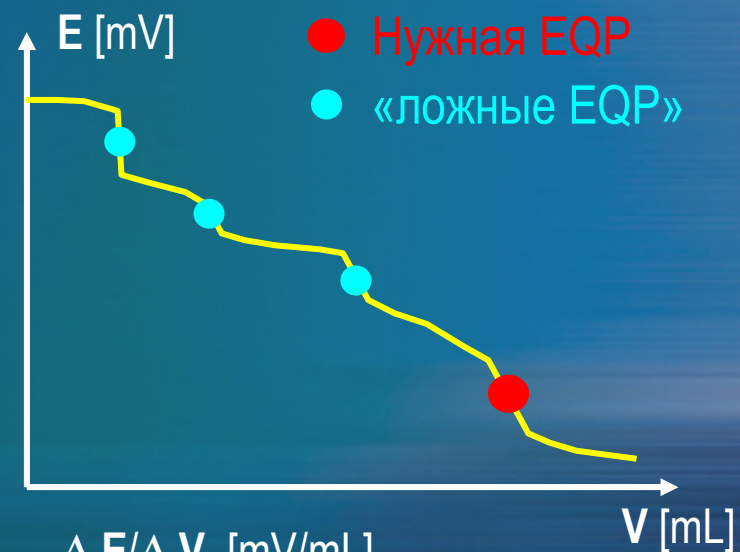
Значение порога →

Титрование с наибольшим скачком
останавливается по
максимальному объему!



Вопрос 6

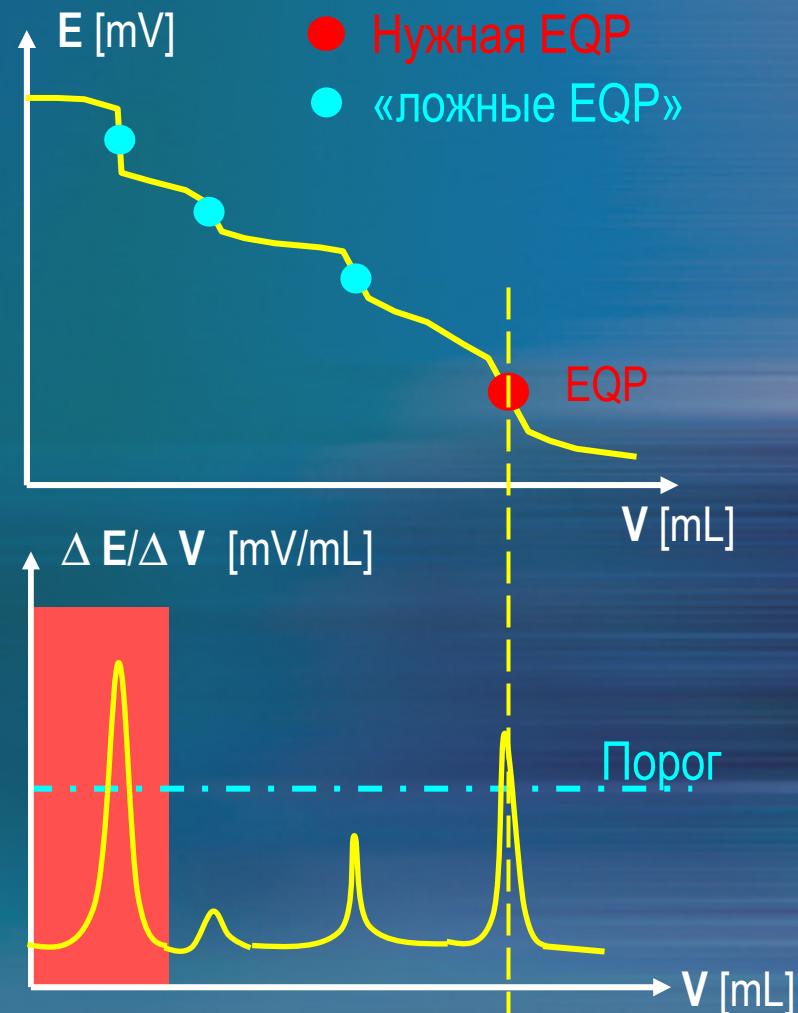
- На кривой много пиков. Как определить правильную EQP?



Решение 6

■ Преддозирование

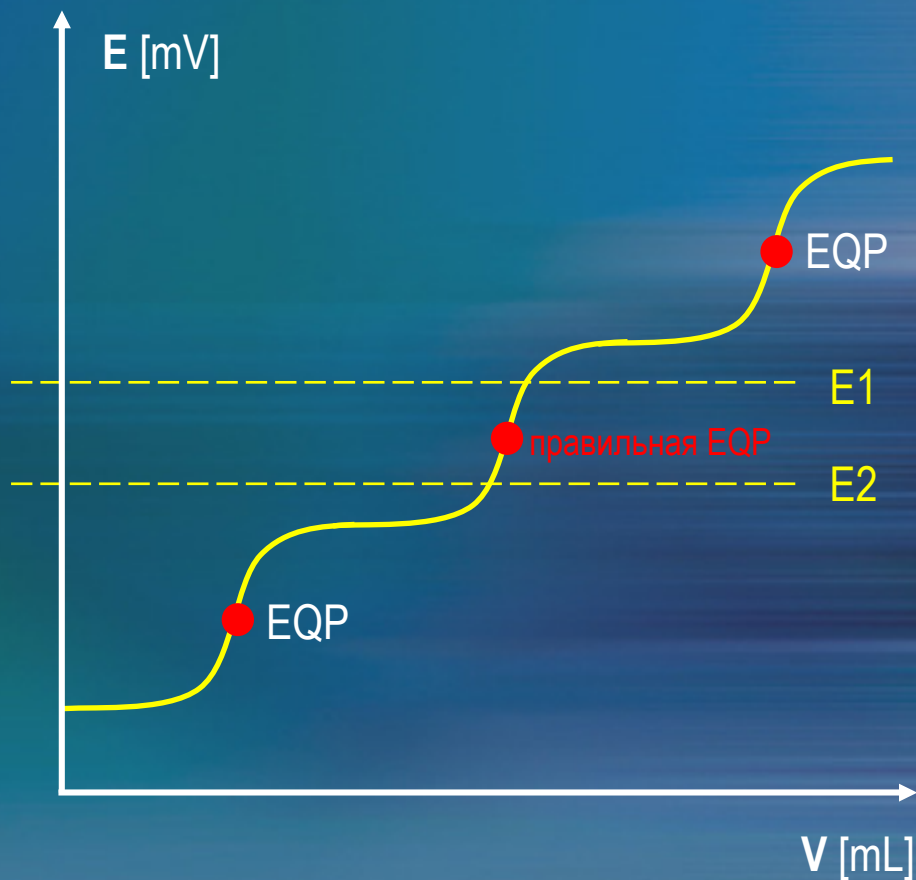
- Нестабильная часть кривой отсекается преддозированием.



Решение 6

■ EQP Интервал

- Определить границы расположения точки эквивалентности.



Вопрос 7

- Определение титра $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ 0.1 mol/L.
Электрод: DM140

Параметры титрования:

Преддозирование: 3.3 mL $\Delta V = 0.05$ mL; $\Delta t = 30$ s

Порог = 500 mV; Обработка: Стандартная.

	Volume mL	Increment mL	Signal mV	Change mV	1st deriv mV/mL	Time min:s
ET1	0.0000		667.6			0:30
	1.9060	1.9060	653.2	-14.5	-7.6	1:00
	2.8590	0.9530	658.5	5.3	5.6	1:30
ET2	3.3000	0.4410	697.5	39.0	81.7	2:00
	3.3500	0.0500	714.3	16.8	336.0	2:30
	3.4000	0.0500	910.0	195.7	3914.3	3:00
	3.4500	0.0500	1069.1	159.1	3182.1	3:30
	3.5000	0.0500	1118.8	49.7	994.0	4:00
	4.5500	0.0500	1149.4	30.6	611.8	4.30

Почему не определяется точка эквивалентности?

Решение 7

- Определение титра $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ 0.1 mol/L.
Электрод: DM140

Параметры титрования:

Преддозирование: 3.3 mL $\Delta V = 0.05$ mL; $\Delta t = 30$ s

Порог = 500 mV; Обработка: Стандартная

	Volume mL	Increment mL	Signal mV	Change mV	1st deriv mV/mL	Time min:s
ET1	0.0000		667.6			0:30
	1.9060	1.9060	653.2	-14.5	-7.6	1:00
	2.8590	0.9530	658.5	5.3	5.6	1:30
ET2	3.3000	0.4410	697.5	39.0	81.7	2:00
	3.3500	0.0500	714.3	16.8	336.0	2:30
	3.4000	0.0500	910.0	195.7	3914.3	3:00
	3.4500	0.0500	1069.1	159.1	3182.1	3:30
	3.5000	0.0500	1118.8	49.7	994.0	4:00
	4.5500	0.0500	1149.4	30.6	611.8	4:30

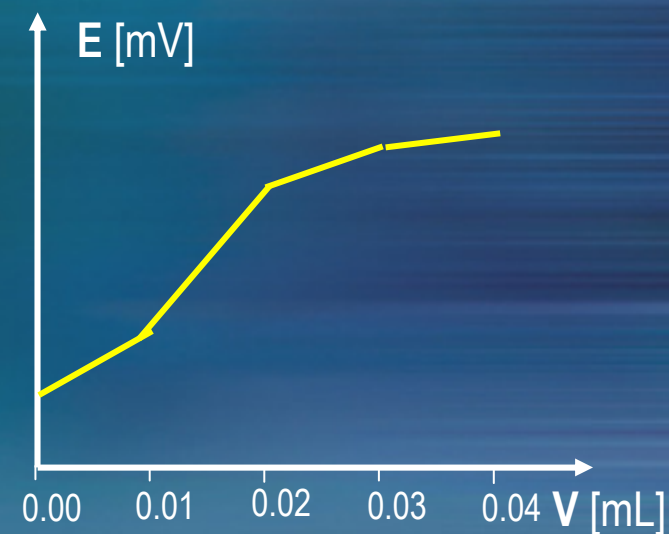
Не хватает точек для обсчета EQP!

Вопрос 8

■ Определение холостого значения

Проблема:
Холостое значение не находится.

Volume mL	Increment mL	Signal mV	Change mV	1st deriv mV/mL
0.0000	0.0000	478.6		
0.0100	0.0100	552.7	74.1	7410.0
0.0200	0.0100	648.7	96.0	9600.0
0.0300	0.0100	676.3	27.6	2760.4
0.0400	0.0100	689.2	12.9	1294.4



Решение 8

- Определение холостого значения

Значение холостой слишком маленькое, EQP находится между 1-м и 2-м инкрементом.

- Возьмите больший объем растворителя.
- Уменьшите размер инкремента.

Вопросы ?

METTLER TOLEDO

