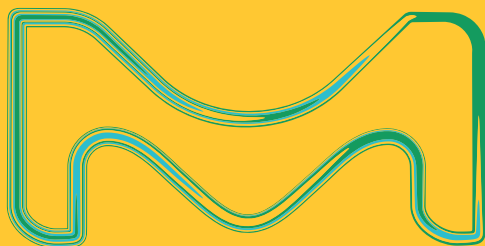


обзор реагентов для титрования и метода карла фишера

Мария Каминская, Руководитель Field marketing team RU+, к.х.н.
16 июня 2020



The life science business of Merck operates
as MilliporeSigma in the U.S. and Canada.

Supelco®
Analytical Products

программа

MERCK

1

Обзор реагентов для титрования

2

Обзор реагентов для титрования по методу Карла Фишера

3

Smartchemicals

Supelco®
Analytical Products

Обзор реагентов для титрования

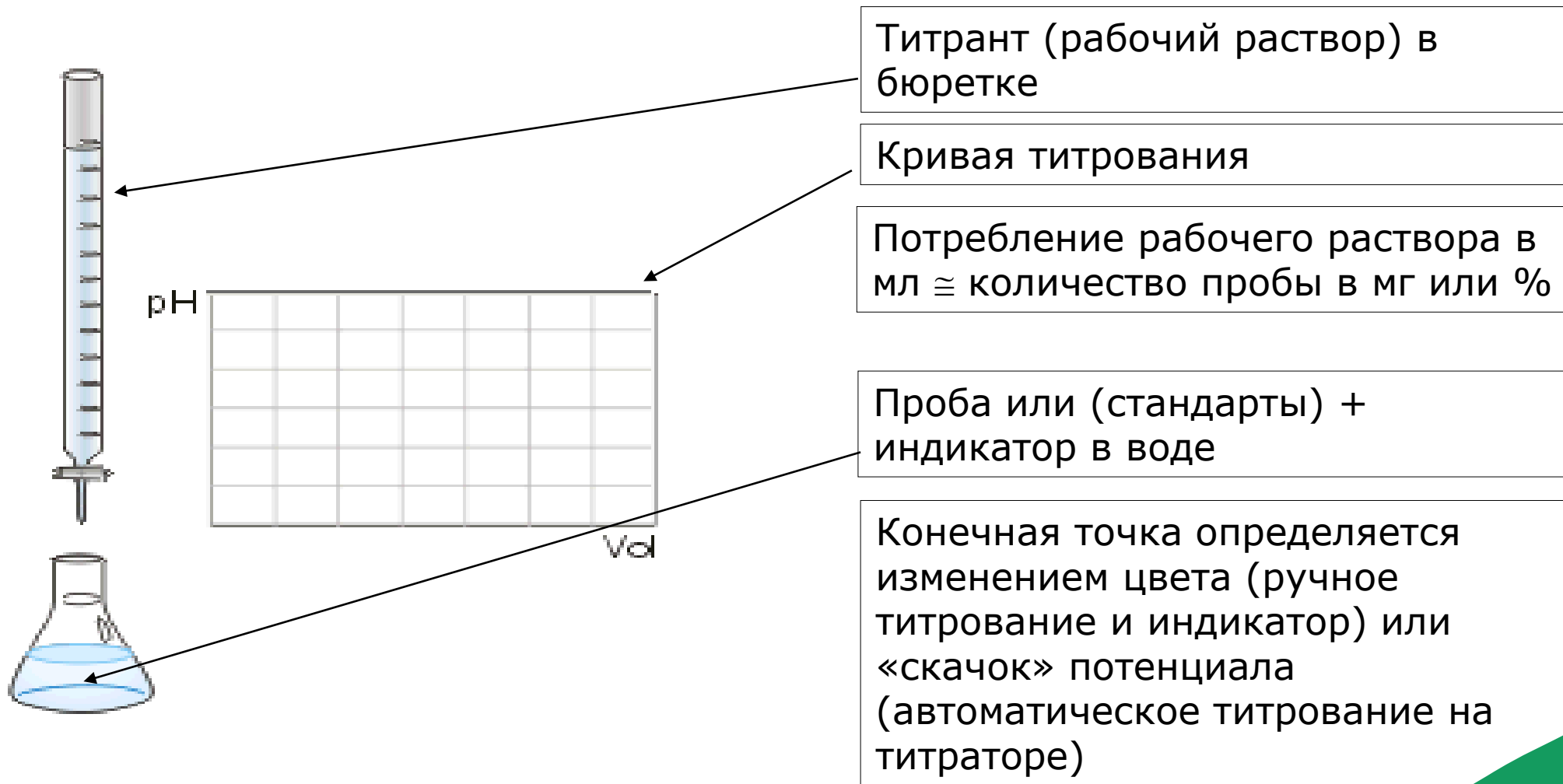


Титрование используется:

- Определение чистоты вещества в сырье
- Определение примесей
- Кислотность/щелочность
- Жирные кислоты в маслах
- Ненасыщенность в маслах
- Жесткость воды
- Тяжелые металлы
- Хлорид натрия



Принцип титрования



MERCK

SI Analytics



Титраторы

Metrohm



METTLER TOLEDO

Supelco®

Типы химических реакций

Кислотно-основное титрование	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Обмен протонов (кислота – основание) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Ацидиметрия ▪ Алкалиметрия 	<p>Кислотность вина, молока, кетчупа Содержание HCl, HNO₃, H₂SO₄</p>
Окислительно-восстановительное титрование	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Обмен протонов (восстановитель – окислитель) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Броматометрия ▪ Цериметрия ▪ Йодометрия ▪ Феррометрия 	<p>Содержание меди Содержание хрома и никеля в гальванических ваннах</p>
Осадительное титрование	<ul style="list-style-type: none"> ▪ малорастворимые (осадок соединений) 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Аргентометрия 	<p>Содержание NaCl (поваренной соли) в чипсах, кетчупе и других продуктах Содержание серебра в монетах Содержание сульфатов в минеральной воде Содержание сульфатов в гальванических ваннах</p>
Комплексиметрическое титрование	<ul style="list-style-type: none"> ▪ титрование вещества раствором такого соединения, которое образует с титруемым веществом слабо диссоциирующий (т.е. устойчивый) растворимый комплекс. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ например, определение металлов 	<p>Общая жесткость воды (Mg²⁺ и Ca²⁺) Содержание кальция в молоке и сыре Анализ цемента</p>
Титрование по КФ	<ul style="list-style-type: none"> ▪ специальные титраторы для определения воды 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Титрование по Карл Фишеру 	<p>Содержание воды в маслах, нефти, косметике, лекарствах.</p>

Фармакопейная Статья С.2.2.0014.15 Натрия хлорид

Содержание не менее 99,0 % натрия хлорида NaCl в пересчете на сухое вещество для субстанции, предназначенной для производства нестерильных лекарственных препаратов

Количественное определение

Около 0,1 г (точная навеска) субстанции растворяют в 20 мл **воды** и титруют **0,1 М раствором серебра нитрата** с потенциометрическим определением точки эквивалентности или до оранжево-желтого окрашивания (индикатор – **5 % раствор калия хромата**). 1 мл 0,1 М раствора серебра нитрата соответствует 5,844 мг натрия хлорида NaCl.

Наше комплексное решение:

Silver nitrate solution

6 Product Results | Критерий совпадения: Название продукта

AgNO₃ Empirical Formula (Hill Notation): **AgNO₃** | Molecular Weight: **169.87** | CAS Number: **7761-33-9**

<input type="checkbox"/>	85193	2.5 % (w/v) AgNO ₃ in H ₂ O	Sigma-Aldrich
<input checked="" type="checkbox"/>	1.09081	c(AgNO ₃) = 0.1 mol/l (0.1 N) Titripur [®] Reag. Ph Eur, Reag. USP	Supelco
<input type="checkbox"/>	1.09990	for 1000 ml, c(AgNO ₃) = 0.1 mol/l (0.1 N) Titris	

Sodium chloride

1 Продукт найден | Критерий совпадения: Ключевое слово

NaCl Synonym: **Halite**
Linear Formula: **NaCl** | Molecular Weight: **58.44** | CAS Number: **7647-14-5**

<input type="checkbox"/>	1.02406	volumetric standard, secondary reference material for argentometry, traceable to NIST SRM Certipur [®] Reag. Ph Eur, Reag. USP	Supelco
--------------------------	----------------	---	---------

Potassium chromate

4 Product Results | Критерий совпадения: Название продукта

K₂CrO₄ Linear Formula: **K₂CrO₄** | Molecular Weight: **194.19** | CAS Number: **7789-00-6**

<input type="checkbox"/>	216615	ACS reagent, ≥99.0%	Sigma-Aldrich
<input type="checkbox"/>	1.04952	for analysis EMSURE [®] ACS, Reag. Ph Eur	Supelco
<input type="checkbox"/>	529508	≥99.95% trace metals basis	Sigma-Aldrich
<input type="checkbox"/>	12249	puriss., ≥99%	Sigma-Aldrich



Система очистки воды IX 7003/5/10/15

Портфолио продуктов для титрования

Реагенты для Карла Фишера

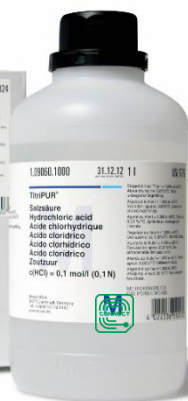
Титранты в разной упаковке



Молекулярные сита



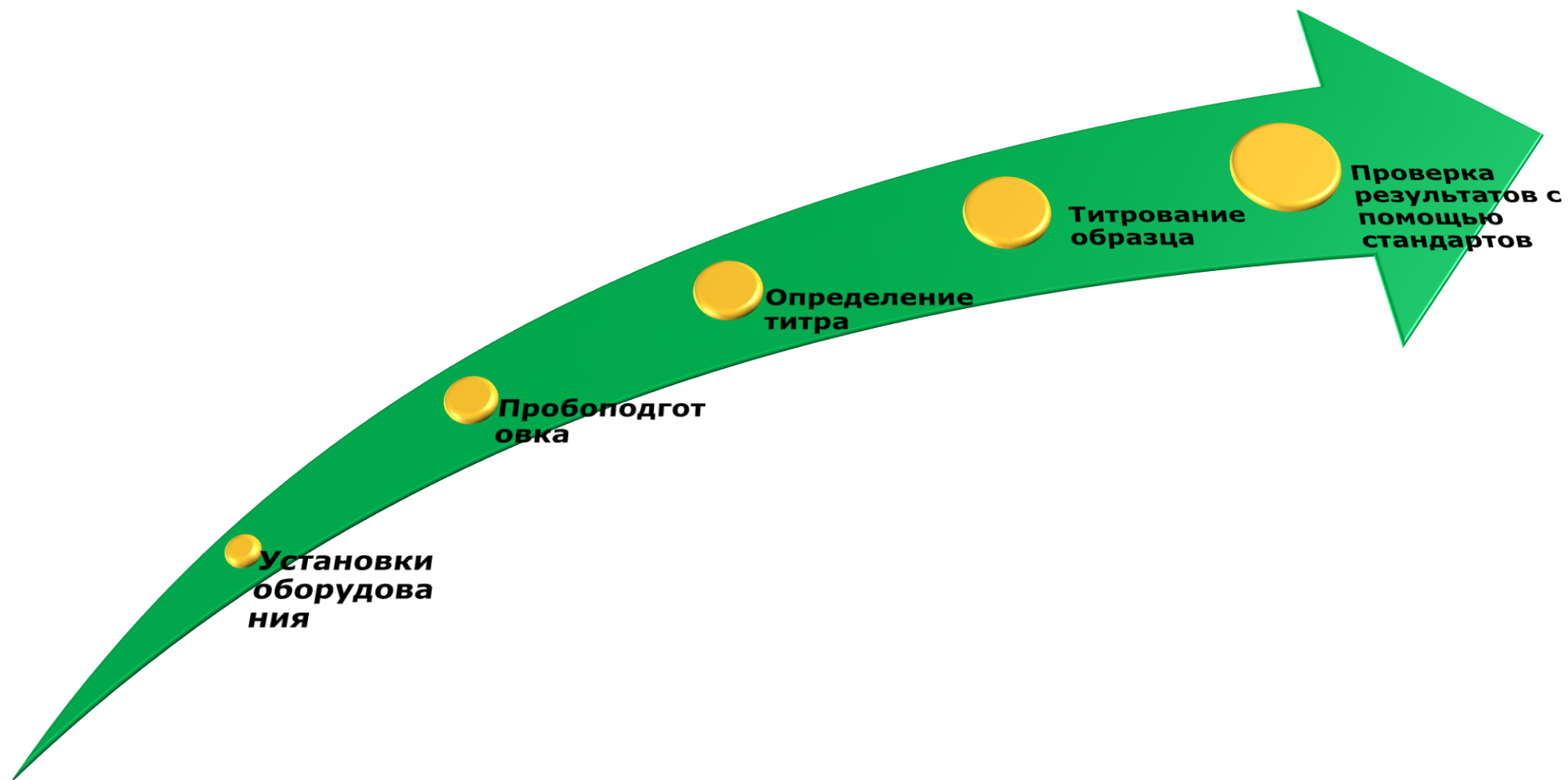
Стандартные образцы



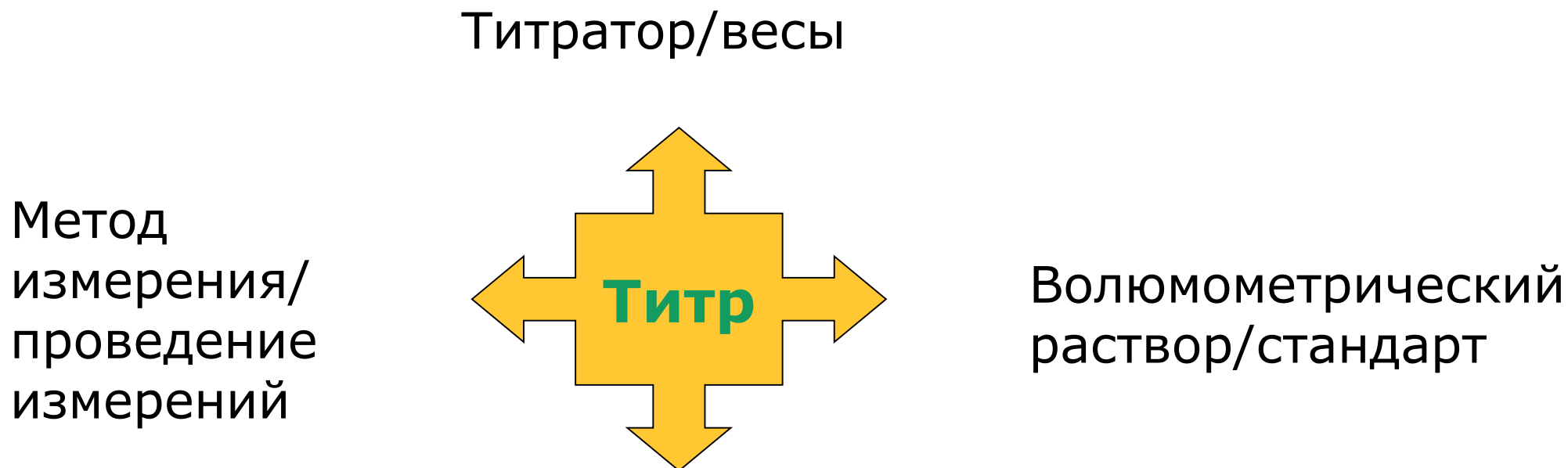
Smartchemicals



Процесс автоматического титрования



На результат титрования влияют следующие факторы:



Условия в лаборатории

Напр., повышение температуры на 1°C – концентрация титранта падает на 0.1%

Необходимо поддерживать постоянную температуру в лаборатории!!!!!!

Как мы можем избежать ошибок в титровании и добиться точных и воспроизводимых результатов?

Контроль качества

- Правильная настройка процесса титрования
- Регулярное определение титра
- Квалифицированный аналитик
- Использование **стандартных образцов**
- Подходящий «размер» образца
- Регулярное тех. обслуживание титратора и весов



Что такое титр?



Титр (коэффициент) титранта определяется как отношение фактической концентрации и номинальной.

Титрование чистых первичных или вторичных волюмометрических стандартов с известным содержанием вещества подходит для определения фактической концентрации титранта (волюмометрический раствор) и исправления (настройки) разницы в условиях титрующей системы и окружающей среды температуры, погрешности измерения титратора, бюретки, электродов, весов, «рук»

Пример:

Номинальная конц. = 0.1 моль/л

Фактическая конц. = 0.09899 моль/л

Титр = **0.9899** = поправочный коэффициент

Ссылка на Российскую Фармакопею. Издание 14. Том 1.

Для определения точной концентрации приготовленного титрованного раствора вычисляют поправочный коэффициент (K), представляющий собой отношение фактически полученной концентрации титрованного раствора к теоретически заданной. Поправочный коэффициент рассчитывают с точностью до четвертого знака после запятой.

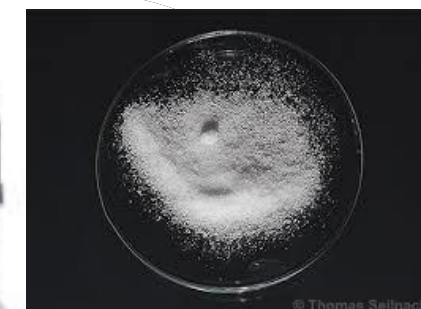
$$t = \frac{\text{Фактическая конц. } C^*(X)}{\text{Номинальная конц. } (X)}$$

Волюмометрические стандарты

Certipur® волюмометрические стандарты – сертифицированные стандартные образцы для стандартизации волюмометрических растворов и титрования в целом (определения титра)

- характеризуются точным содержанием вещества
- напрямую соотносятся с SRM от NIST
- в соответствие с USP и EP
- метод осушки указан в CoA
- 11 разных стандартов доступно

Сертифицированный стандартный образец проверен в аккредитованной лаборатории (DIN EN ISO /IEC 17025 QC и ISO Guide 34)



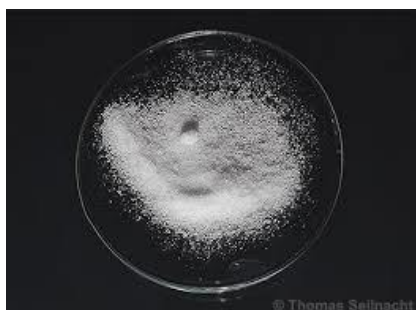
Certipur® волюмометрические стандарты

Кат. №	Наименование	Содержание, %	В соответствии с Reag Ph Eur = 1 и USP=2	Титрование
1024050080	Карбонат натрия	99,80	1	Алкалиметрия
1024080080	Трис (гидроксиметил)аминометан	99,85	2	Ацидиметрия
1024000080	Калия гидрофталат	99,80	1,2	Алкалиметрия
1024010060	Бензойная кислота	99,80	1,2	Алкалиметрия
1024060080	Хлорид натрия	99,85	1,2	Аргентометрия
1024090100	Цинк	99,90	1	Комплексометрия
1024100050	Карбонат кальция	99,90	2	Комплексометрия
1024040080	Калия йодат	99,70	-	Йодометрия
1024020080	Железо(II)этилендиаммоний сульфат	99,80	-	Окисл.-восстан. титрование
1024030080	Бихромат калия	99,90	2	Окисл.-восстан. титрование
1024070060	Динатрия оксалат	99,70	2	Окисл.-восстан. титрование

Методы сушки стандартов



- Поместите стандарт в чашку Петри



- **Метод сушки:** 24 часа в эксикаторе
- Удобнее использовать **осушающие агенты с индикатором**

МЕРСК

**оранжевый -
новый голубой**

Мы рекомендуем осторожно работать с синкагелен голубого цвета, который является токсичным и канцерогенным.

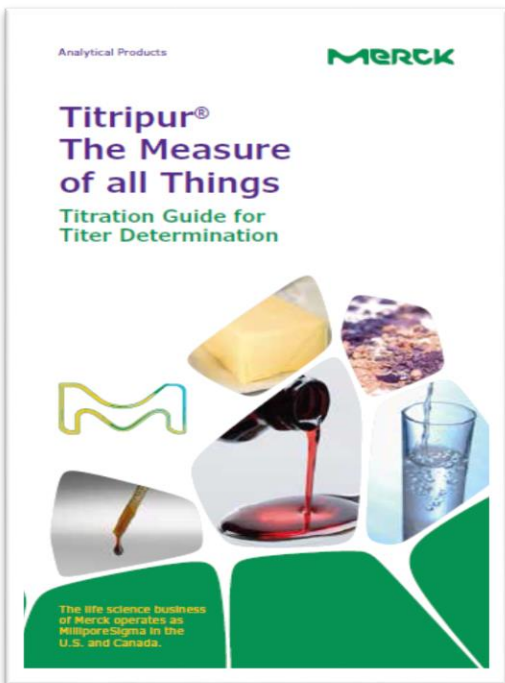
Выбирайте для себя не токсичные осушающие оранжевого цвета на основе соли железа.

Мы предлагаем широкий перечень, как стандартных и не токсичных продуктов - оранжевые осушители и ряд других осушающих агентов - для безопасной работы в лаборатории.

Merck
Sigma-Aldrich

Supelco
Analytical Products

- **Метод сушки:** напр. 2 ч при 180°C в сушильной печи
- Время и температура сушки указан в CoA
- Печь должна быть нагретой до нужной температуры до того, как Вы поставите стандартный образец



Волюмометрический раствор - стандарт

Titripur® - The Measure of all Things - Titration Guide for Titer Determination

2.2 Sodium thiosulfate solution 0.1 mol/l (0.1 N) (Catalogue No. 109147)

Reaction type: Redox titration/iodometry
Kind of titration: Back-titration based on substitution
Volumetric standard: Potassium iodate
 Potassium iodate should be preferred to the toxic potassium dichromate which is suspected to be carcinogenic.
Method of initial introduction: Division into aliquots by gravimetry

Indication

a) **visual:** with starch solution 1 %; colour change from blue to colourless,
 b) **potentiometrical:** with platinum single rod measuring chain and automatic titrator.

Analytical procedure

a) **Preparation of a potassium iodate solution 1/60 mol/l (0.1 N) (Catalogue No. 102404)**
 Approx. 3.57 g of potassium iodate (Volumetric Standard), dried for 2 h at 130 °C, are exactly weighed, transferred to a 1-l volumetric flask, dissolved in water GR for analysis and made up to 1 l with water. The total weight is determined to the second decimal.

Calculation of the mass fraction w (KIO₃) in mg/g solution:

$$w \text{ (mg KIO}_3\text{/g solution)} = \frac{\text{weight of volumetric standard (mg)} \cdot Cf}{\text{total weight (g)}}$$

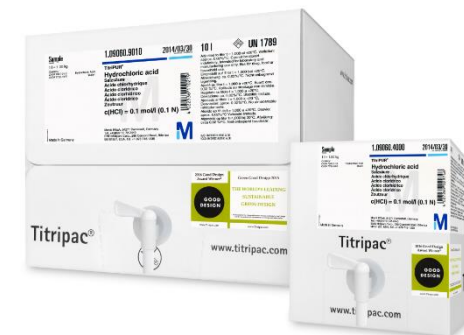
Cf = correction factor, calculated from the effective content of the volumetric standard acc. to the certificate divided by 100.

Volumetric-methode	Standard-Reference-material (SRM)	Volumetric Solution	Volumetric standards Merck
Acidimetry	Tris(hydroxymethyl)-aminomethane (NIST)	Hydrochloric acid	Tris(hydroxymethyl)-aminomethane (NIST) Order No. 1.02408.0080
		Hydrochloric acid	Sodium carbonate Order No. 1.02405.0080
Alkalimetry	Potassium hydrogen-phthalate (NIST)	Sodium hydroxid solution	Potassium hydrogen phthalat Order No. 1.02400.0080
	Benzoic acid (NIST)	Sodium hydroxid solution	Benzoic Acid Order No. 1.02401.0060
Argentometry	Potassium chloride (NIST)	Silver nitrate solution	Sodium chloride Order No. 1.02406.0080
Reductometry	Potassium dichromate (NIST)	Sodium thiosulfate solution	Potassium dichromate Order No. 1.02403.0100
		Sodium thiosulfate solution	Potassium iodate Order No. 1.02404.0100
Oxidimetry	di-Sodium oxalate (NIST)	Potassium permanganate solution	Fe(II)-ethylen-diammonium sulfate Order No. 1.02402.0080
		Potassium permanganate solution	di-Sodium oxalate Order No. 1.02407.0060
Complexometry	Zinc (NIST)	EDTA (Titriplex® III-solution)	Zinc (NIST) Order No. 1.02409.0100
		EDTA (Titriplex® III-solution)	Calcium carbonate Order No. 1.02410.0100

MERCK

Supelco®

Волюмометрические растворы (титранты)



Titrisol® концентраты

- Разные концентрации при разном разбавлении
- **Около 40 продуктов**

Titripur® готовые растворы

- В бутылках и канистрах
- Широкое портфолио растворов с разными концентрациями
- Бутылка может быть подключена к титратору через адаптер
- **Около 70 продуктов**

Titripac® - Titripur® готовые растворы

- Уникальная упаковка
- Не загрязняется раствор даже после открытия упаковки
- Раствор стабилен до конца окончания срока годности
- Подключение к титратору
- **около 25 продуктов**

Спецификация продукта и его преимущества

1

Titrisol® концентраты

Сырье высокого качества

Процесс производства позволяет выполнять условие – стабильность от партии к партии

Вы готовите самостоятельно растворы любой концентрации

2

Titripur® готовые растворы

Сырье высокого качества

Процесс производства позволяет выполнять условие – стабильность от партии к партии

Концентрация определяется в аккредитованной лаборатории (ISO 17025)

Толстые стенки упаковки обеспечивают сохранность раствора и долгий срок годности

36 месяцев - срок годности раствора в закрытой бутылке

Соотносятся к веществу NIST – партия указана в CoA

В соотв. с EP и USP

3

Titripac®

Качество раствора Titripur® в Titripac®!

Уникальная упаковка

Раствор не загрязняется при использовании – стабильный раствор на протяжении **всего срока годности (3 года)**

Простота использования – напрямую подсоединяется к титратору

Нет необходимости проверять титр (или реже проверять титр)

Доступны только водные растворы объемами 4 и 10 л.

Простая утилизация

Экономия места в лаборатории

4

Certipur® стандарты

Стандарты для определения титра

Стандарт сравнения оценен в аккредитованной лаборатории (ISO 17025)

Напрямую соотносится с NIST

В соответствии с EP и USP

Имеется уникальный стандарт цинка в виде гранул – просто дозировать и использовать. NIST предлагает «бруски». Мы единственные, кроме NIST, производим цинк как стандарт для EDTA титрования.

Данные о стабильности растворов в Titripac доступны на сайте:



Technical Data Sheet

Item number: 1.09137

Sodium hydroxide solution

according to Reag. Ph. Eur. and Reag. USP



Technical data:

- Concentration: 1 mol/l
- Density: 1.04 kg/l
- Packaging: 4L-Titripac and 10L-Titripac
- Shelf life: 3 Years

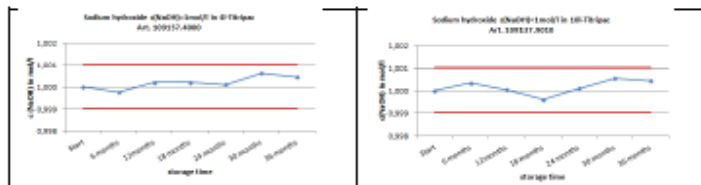
Stability of sodium hydroxide volumetric solution (item number: 1.09137) in a Titripac®:

Volumetric solutions contain reagents that react quantitatively with the substance to be measured in the sample solution. The concentration of the volumetric solution is indicated by the molarity (mol reagent per litre of solution). For the optimal consumption per titration the concentration of the volumetric solution should be close according to the expected concentration of the sample. A standardization (titer determination) with a volumetric standard is recommended to correct for all influences on the measurement result arising from lab conditions, equipment and handling.

To demonstrate the stability of this sodium hydroxide volumetric solution the Titripac® was tested under daily routine conditions.

Every six months the concentration of the sodium hydroxide solution was determined by titration with hydrochloric acid standard solution (item number 1.09057) which was standardized against volumetric standard triiodoacetic acid (item number 1.02408).

The following diagrams show the measured concentration of sodium hydroxide solution (item number 1.09137) in a Titripac 4L and 10L over the shelf life of 36 months.



Ordering information:

Sodium hydroxide solution
Sodium hydroxide solution

Ordering Number:

1.09137.4000 (4L-Titripac®)
1.09137.9010 (10L-Titripac®)



Technical Data Sheet

The diagrams on page 1 show the concentration of sodium hydroxide volumetric solution 1 mol/l in between the range of 0.999 mol/l and 1.001 mol/l over the shelf life of three years. The solution is stable in both packages (Titripac 4L and 10L). The calculation of the concentration is done according to the following equation:

$$c(x)_{\text{actual value}} = c(x)_{\text{nominal value}} \cdot z$$

$c(x)$ indicated value = concentration as specified by the supplier
 z = titer of the volumetric solution

$c(x)$ actual value = concentration after correction for the titer

The titer as correction factor depends on lab conditions, equipment and handling.

The titer determination is carried out with volumetric standards or with standard solutions calibrated directly against volumetric standards.

Volumetric solutions are temperature sensitive. Therefore the titer changes with the temperature. Thus it is recommended to do the titer determination at the same temperature as the following sample titration.

The titer determination of a volumetric solution is essential for precise sample measurements. Errors due to titer determination affect the following measurements as systematic deviation.

Instructions for use of a Titripac®:

Open the Titripac® by pressing on the pre-cutted area.

(Do not use a knife for opening because you can easily damage the liner bag of the Titripac®.) Take the installed tap out of the box and fix it by closing the pre-cutted area.

By opening the tap, solution can be withdrawn without the risk of contamination.

Finally the Titripac® can be connected directly to the titrator by means of a small adapter and a hose with a thread on both sides.

Hose and adapter can be ordered under item number 1.88075.0001.

ДОСТУПНЫ ДЛЯ:

1 MOL HCL
0.1 MOL HCL
1 MOL NaOH
0.1 MOL NaOH
0.1 MOL Titriplex III
0.5 MOL sulfuric acid
0.05 MOL sulfuric acid
0.1 MOL AgNO₃

Supelco®

Простое использование

Упаковка Titripac® может напрямую соединяться с титратором!



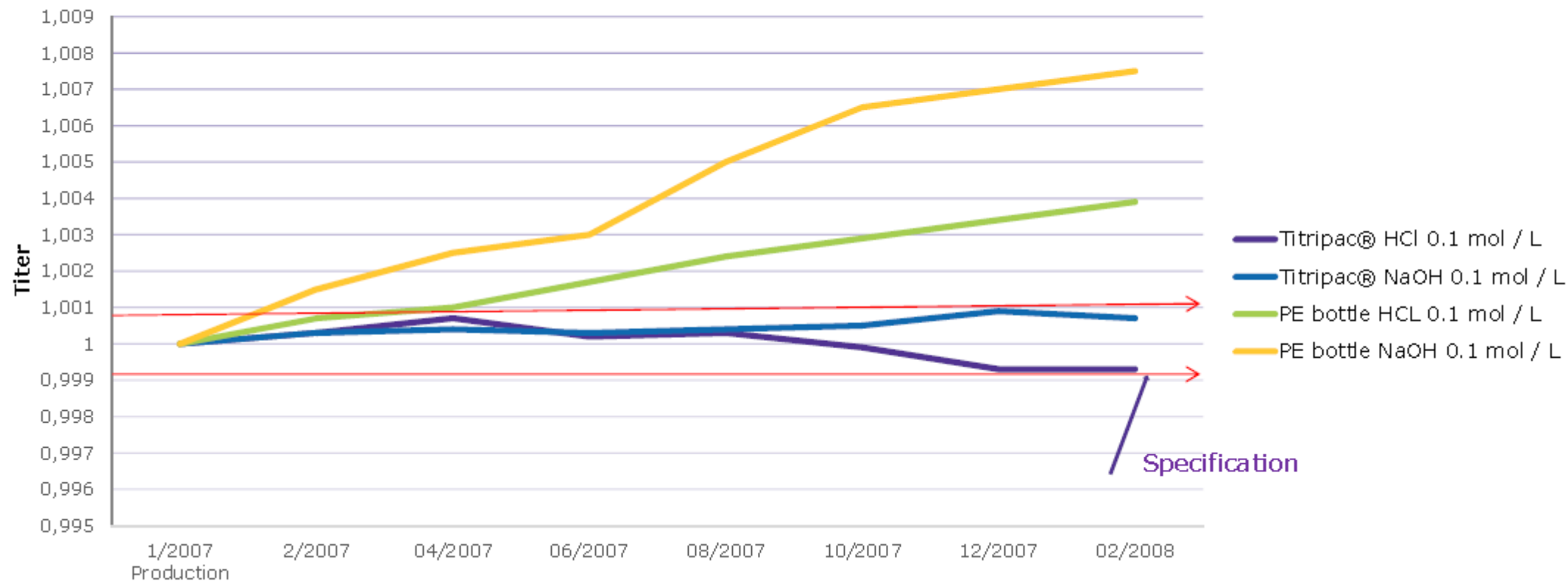
Адаптер от Мерк



Трубка/адаптер кат. №. 1880750001

Стабильность волюмометрических растворов после открытия упаковки

Titer stability - Titripac vs bottles



Вопрос утилизации Titripac® и обычных ПЭ бутылок

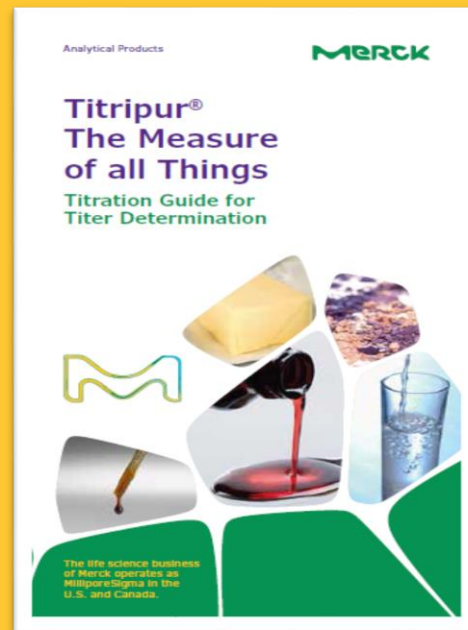


20 x 1 л бутылки



2 x 10 л Titripac®

Полезные брошюры по титрованию на русском языке



Напишите ваши вопросы в чат.
Я отвечу в конце презентации.

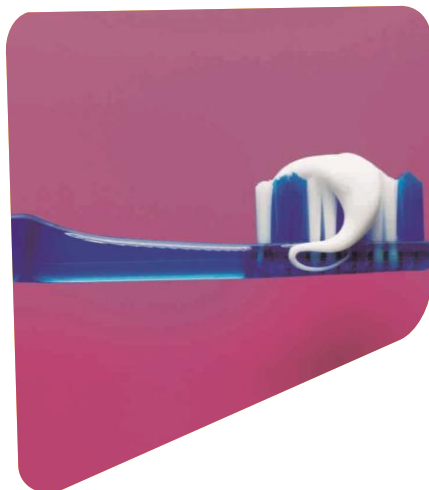
Обзор реагентов для титрования по методу Карла Фишера



Зачем количественно определяют воду в разных продуктах?

Вода влияет на свойства продуктов и полупродуктов из сырьевых материалов

- Вода сокращает срок хранения пищи, лекарств и косметики
- Вода влияет на химические реакции и выход продукта
- Вода ухудшает реологические характеристики твердых веществ
- Вода увеличивает потребление энергии и изменяет свойства в производстве пластмасс
- Вода вызывает коррозию в оборудовании, моторах
- Вода ускоряет ферментативную активность в производстве лекарств
- Вода изменяет эксплуатационные характеристики масел



Метод Карла Фишера для определения воды

- Широкая применимость (10 ppm - 100%)
- Селективный (определяются только молекулы воды)
- Быстрые и точные измерения
- Подходит для широкого спектра образцов: жидкости, порошки и газы
- Устанавливается во многих стандартах для определения воды (PhEur, USP, ASTM, ACS, AOAC и т.д.)



Альтернативные методы и их минусы:

- Потеря при сушке (инфракрасная / галогенная сушка и т.д.): испаряется не только вода, но и летучие вещества
- Спектроскопия в ближней ИК-области: требуется калибровка
- Газовая хроматография: более длительное время анализа



Методы титрования по Карл Фишеру

1

Волюмометрическое титрование



- Йод содержится в титранте и добавляется бюреткой
- Потенциометрическая индикация конечной точки
- Расчет содержания воды из потребления титранта
- Требуется регулярное определение титра
- Лучше подходит для образцов с содержанием воды от 100 ppm до 100 %
- Для твердых и жидких образцов

2

Кулонометрическое титрование



- Абсолютный метод измерения
- Генерация йода анодным окислением на генерирующем электроде
- Потенциометрическая индикация конечной точки
- Расчет содержания воды из требуемого количества тока
- Рекомендуется регулярная проверка системы
- Лучше подходит для образцов с содержанием воды от 10 ppm до 10 000 ppm
- Больше применим для жидких образцов

Aquastar™ волюмометрические реагенты

- Однокомпонентные реагенты
- Двухкомпонентные реагенты
- Растворители для масел и жиров
- Реагенты для альдегидов и кетонов
- Буферные растворы



Aquastar™ стандартные образцы

Стандарты воды в
ампулах

Стандарты масел
(от 15 ppm до 30
ppm)

Стандарт 1% для
печи

Стандарт лактозы

Тартрат натрия
дигидрат

Стандарт воды
мг/мл

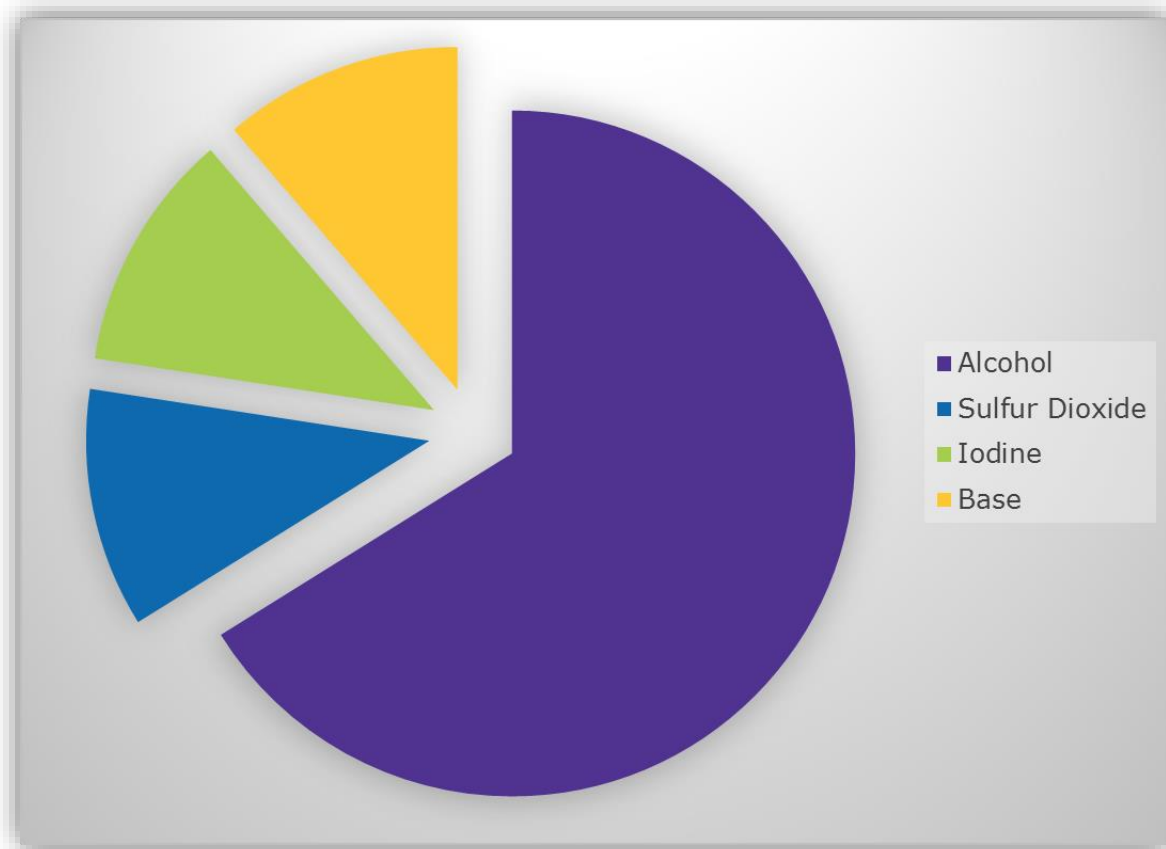


Aquastar™ кулонометрические реагенты

- Кулонометрический реагент (без мембраны)
- Кулонометрический реагент (с мембраной)



Для проведения реакции нам необходимы:



- Йод/йодид
- Диоксид серы
- Основание (классически пиридин, замена на имидазол)
- Растворитель (классически метанол, но также – этанол, 2-метоксиэтанол, моноэтиловый эфир диэтиленгликоля...)

Зависимость скорости реакции от pH

Оптимальный диапазон pH:

pH 5 - 7.5 (в растворителе) – скорость максимальна

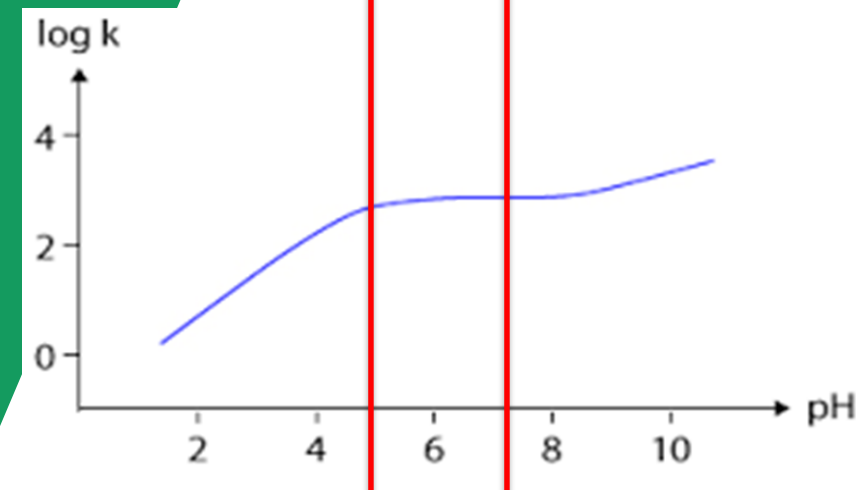
Буферные растворы: для кислот - имидазол, для оснований – салициловая кислота, пиридин, ди-этаноламин, гуанидин бензоат

Если пользователь использует буферные растворы, то они добавляются до этапа Pretitration для устранения следов воды в буфере.

Особенности титрование вне оптимального диапазона pH:

Титрование при pH < 5: очень медленное или нет реакции

Титрование при pH > 7.5: возникают побочные реакции » слабо выраженной конечной точки титрования и повышенному расходу йода.



Буферные растворы

Объем

Тип упаковки

Кат. No

Буферный раствор для сильных кислот

добавка к растворителю для титрования сильных кислот
Состав: метанол, имидазол, диметилсульфит

500 мл

Стеклоянная бутылка

1.88035.0500

Буферный раствор для сильных оснований

добавка к растворителю для титрования сильных оснований
Состав: метанол, триэтиламин, салициловая кислота

500 мл

Стеклоянная бутылка

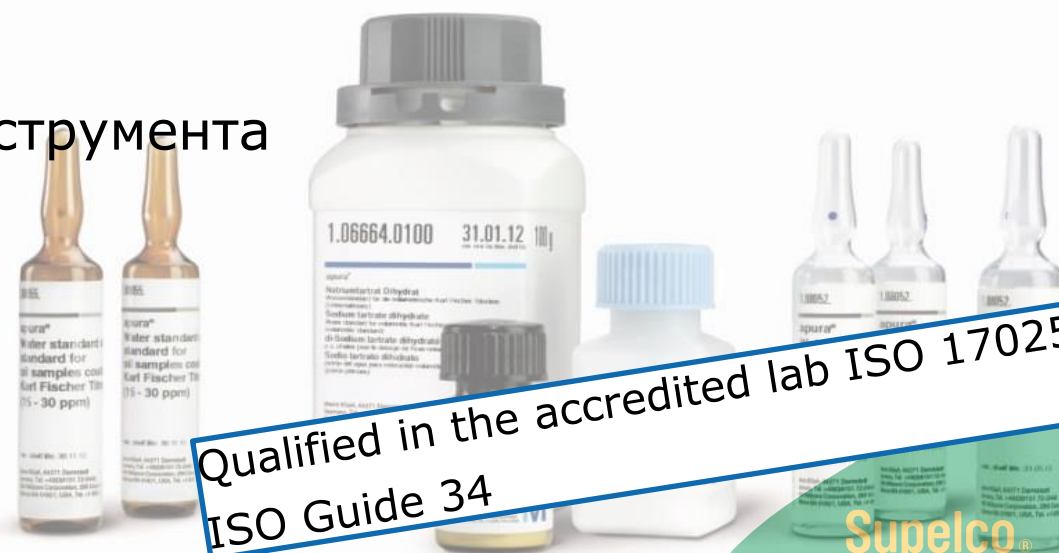
1.88036.0500

Процесс титрования по Карл Фишеру



Стандарты (Certified Reference Materials)

- **Стандарты воды в ампулах 0.01%, 0.1%, 1%** – для определения титра (волюмометрия) и проверки инструмента (кулонометрия)
- **Ди-натрия тартрат** – для определения титра (ранее был указан в Eur. Ph)
- **Стандарт лактозы 5 %** - твердый - для фармацевтических образцов, содержащих лактозу
- **Стандарт воды 5 мг/мл** – для проверки инструмента



Газофазная экстракция – метод с сушильной печью



Печь KF с автосэплером



Отдельная печь



Проверка инструмента с **твердым стандартом (oven standard)**

- Неорганическое вещество
- Стабильно при **100 - 400°C**
- **1% воды**



Проверка инструмента со **стандартом масла**

- Матрица - масло
- Для образцов масел
- **15 – 30 ppm воды**



Продукт	Упаковка	Тип упаковки	Кат. No.
Стандарты содержания воды			
Стандарт воды 0,01%, 1 г содержит 0,10 мг H ₂ O	10 x 8 mL	Стеклянная ампула	1.88050.0010
Стандарт воды 0,1%, 1 г содержит 1,0 мг H ₂ O	10 x 8 mL	Стеклянная ампула	1.88051.0010
Стандарт воды 1%, 1 г содержит 10 мг H ₂ O	10 x 8 mL	Стеклянная ампула	1.88052.0010
Стандарт воды для печи 1%, твердый стандарт для титрования с печью	5 g	Стеклянная ампула	1.88054.0005
Стандарт воды для масел, стандарт для образцов масел (15-30 ppm)	10 x 8 mL	Стеклянная ампула	1.88055.0010
Стандарт лактозы 5%, для волюметрического титрования и титрования по методу Карла Фишера с использованием печи	10 g	Полиэтиленовый флакон	1.12939.0010
Тартрат дигидрат натрия, стандарт для определения воды с помощью волюметрического титрования по методу Карла Фишера, содержит 15,66% H ₂ O	100 g	Полиэтиленовый флакон	1.06664.0100
Стандарт воды 5 мг/мл, 1 мл содержит 5 мг воды	250 mL	Стеклянный флакон	1.09259.0250

сертифицированные стандартные образцы в РФ – подходят для поверки прибора

Волюмометрия

Однокомпонентные реагенты

КомбиТитрант 5,2,1 + КомбиРастворитель/КомбиМетанол

КомбиТитрант Keto + КомбиРастворитель Keto (без метанола)

КомбиРастворитель для масел; КомбиРастворитель для жиров
(все участники реакции в Титранте)



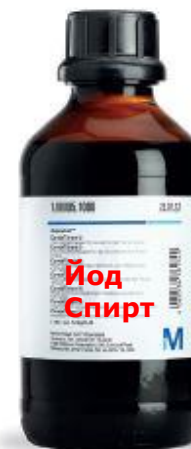
КомбиТитрант

Двухкомпонентные реагенты

Титрант 5,2 + Растворитель

Растворитель для масел и жиров

(все участники реакции разделены)



Титрант



Срок годности: 3 года

Supelco®

Однокомпонентные реагенты

Aquastar **КомбиТитрант** + **КомбиРастворитель/КомбиМетанол**

Титрант:

Aquastar **КомбиТитрант** содержит йод, диоксид серы, имидазол

2-метилимидазол, растворенные в моноэтиловом эфире диэтиленгликоля (DEGEE).



Aquastar Combititrant 5

1.88005

Iodine 10-20%

SO2 0-10%

Imidazole 10-20%

DEGEE (Alcohol) 50-75%

Преимущества: **2-метимидазол** повышает стабильность и исключает кристаллизацию

DEGEE обеспечивает высокую стабильность

Недостатки: В бутылке идет реакция КФ после ее вскрытия (влага из воздуха)

Среда (растворитель):

Комбирастворитель содержит этанол, 2-метилимидазол, йод и диэтил сульфит

Преимущества: Оптимальный pH среды

Комбиметанол = метанол 100%

Двухкомпонентные реагенты

Aquastar Титрант + Растворитель

+ специальный растворитель для масел и жиров

Титрант содержит йод и метанол

Растворитель содержит метанол, имидазол, йод, диметилсульфит

Aquastar Solvent 1.88015

SO2	0-10.00 %
Methanol	50-75%
Imidazole	10-20%
Iodine	<1%

MERCK

Aquastar Titrant 5 1.88001

Iodine	1-10%
Methanol	>50%



Выводы:

Реагенты	Достоинства	Недостатки
Однокомпонентные	Удобство, больше возможностей за счет подборки растворителя для образца	Менее стабильный титр, низкая скорость титрования
Двухкомпонентные	Стабильный титр, высокая скорость титрования	Ограниченная растворяющая способность (более быстрая смена реагентам)

Кулонометрия

Кулонометрическая ячейка с мембраной*

Aquastar **КомбиКуломат с мембраной**

(или Aquastar КомбиКуломат без мембраной)

Кулонометрическая ячейка без мембраны

Aquastar **КомбиКуломат без мембраны**

Один реагент для двух ячеек!

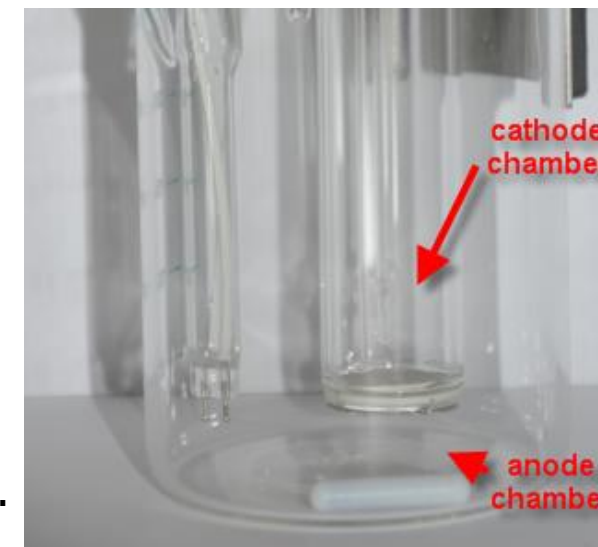
Замечание: Требуется прибл. 100 мл реагента для одного измерения, т.е. бутылки на 2.5 л хватит на год

*Мембрана – пористая керамическая фритта, отделяющая катодное отделение от анодного. Она не пропускает молекулы йода, образующиеся на аноде, к катоду, где они могут снова восстанавливаться до йодид-ионов.

Aquastar CombCoulomat Frittless 1.09257	
Iodide	Proprietary
Guanidinium Benzoate	Proprietary
SO ₂	≥5 - ≤10%
Bromoform	≥1 - ≤5%
Methanol	≥70 - ≤90%



Срок годности: 3 года



Специальные волюметрические реагенты и растворители

Растворители для масел и жиров



- CombiSolvent oils
кат. № 1.88020.1000
для минеральных масел,
содержит толуол

- CombiSolvent fats
кат. № 1.88021.1000
для жиров в пищи и косметике,
содержит деканол

- Растворитель для масел и жиров
кат. № 1.88016.1000
для длинноцепочечных веществ,
содержит гексанол

Реагенты для альдегидов и кетонов



- CombiTitrant Keto
кат. № 1.88006.1000
- CombiSolvent Keto
кат. № 1.88007.1000
- Без метанола

Растворители без метанола



- CombiSolvent
кат. № 1.88008.1000
растворитель на основе
этанола, без метанола
предназначен для образцов,
растворяемых в этаноле
предназначен для работы с
CombiTitrants

БОЛЕЕ 600 МЕТОДИК

sigma-aldrich.com/application-note
merckmillipore.com/applicationfinder

лаборатория

Aquastar@Merckgroup.com



Полезная брошюра по титрованию на русском языке



**Напишите ваши вопросы в чат.
Я отвечу в конце презентации.**

Smartchemicals



Беспроблемный перенос данных через RFID-чип на титраторы

Перенос данных для расчета и документации метода

Обеспечивают максимальную целостность данных

Просканируйте RFID-чип

Лаборант

Данные о титранте и стандарте уже в инструменте

«Умные» реагенты и стандарты с RFID-чипом

Перенос данных в одно движение

Титратор

Химические реагенты Smartchemicals

MERCK



Встроенный считыватель
на моделях **Mettler Toledo**:
G20S Compact Titrator
G10S Compact Titrator
V30S Compact Titrator
V20S Compact Titrator
V10S Compact Titrator
T9 Excellence Titrator
T7 Excellence Titrator
T5 Excellence Titrator

«Умные» реагенты с RFID-кодом
на этикетке

Полный перечень на
Sigmaaldrich.com/Titration



Внешний считыватель

Supelco®

Sample 904

Lot:

2019/01/22

min. shelf life (YYYYMMDD):

11

11 = 1.06 kg



CPA_2871151

1.09065.1003

Titripur®
Reag. Ph Eur, Reag. USP

Perchloric acid

in anhydrous acetic acid, for titrations in non-aqueous media
(contains acetic acid)

Perchlorsäure

(enthält Essigsäure)

Ácido perclórico

(contiene Ácido acético)

Acide perchlorique

(contient Acide acétique)

Ácido perclórico

(contém Ácido acético)

Acido perclorico

(contiene Acido acetico)

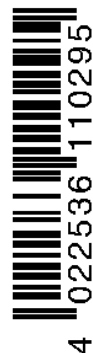
Perchlorzuur

(bevat Azijnzuur)

c(HClO₄) = 0.1 mol/l (0.1 N)

Made in Germany

Merck KGaA, 64271 Darmstadt
Germany, Tel. +49(0)6151 72-2440
EMD Millipore Corporation
400 Summit Drive, Burlington MA 01803
USA, Tel. +1-978-715-4321
sigmaaldrich.com



4 022536 110295



© 2018



Danger. Flammable liquid and vapour. May be corrosive to metals. Causes severe skin burns and eye damage. Keep away from heat. Wear protective gloves/ protective clothing/ eye protection/ face protection. IF SWALLOWED: Rinse mouth. Do NOT induce vomiting. IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing. IF exposed or concerned: immediately call a POISON CENTER or doctor/ physician. | Adjusted to titer t = 1,000 at 20 °C. Variation: approx. 0.1 %/°C. Cannot be stored indefinitely. The solution crystallizes at below 18°C. The crystals melt reversibly upon heating.

Gefahr. Flüssigkeit und Dampf entzündbar. Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. Vor Hitze schützen. Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen. BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. BEI Exposition oder falls betroffen: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. | Eingestellt auf Titer t = 1,000 bei 20°C. Abweichung: ca. 0,1%/°C. Nicht unbegrenzt lagerfähig. Lösung kristallisiert unter 18°C. Kristalle schmelzen reversibel bei Erwärmen.

Peligro. Líquidos y vapores inflamables. Puede ser corrosivo para los metales. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. Mantener alejado de fuentes de calor. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. EN CASO DE INGESTIÓN: Enjuagar la boca. NO provocar el vómito. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Enjuagar con agua cuidadosamente durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto cuando estén presentes y pueda hacerse con facilidad. Proseguir con el lavado. EN CASO DE exposición o presunta: Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA o a un médico. | Ajustado a título t = 1,000 a +20°C. Desviación: aprox. 0,1%/°C. No almacenable ilimitadamente. La solución cristaliza por debajo de 18°C. Los cristales se funden de forma reversible al calentarse.

Danger. Liquide et vapeurs inflammables. Peut être corrosif pour les métaux. Provoque des brûlures de la peau et de graves lésions des yeux. Tenir à l'écart de la chaleur. Porter des gants de protection/ des vêtements de protection/ un équipement de protection des yeux/ du visage. EN CAS D'INGESTION: Rincer la bouche. NE PAS faire vomir. EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX: Rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer. EN CAS d'exposition prouvée ou suspectée: Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin. | Ajusté au titre t = 1,000 à 20 °C. Ecart: env. 0,1 %/°C. Aptitude au stockage non illimitée. La solution cristallise à une température inférieure à 18 °C. Les cristaux fondent de manière réversible en cas de chauffage.

Perigo. Líquido e vapor inflamáveis. Pode ser corrosivo para os metais. Provoca queimaduras na pele e lesões oculares graves. Manter afastado do calor. Usar luvas de proteção/ vestuário de proteção/ proteção ocular/ proteção facial. EM CASO DE INGESTÃO: Enxaguar a boca. NÃO provocar o vômito. SE ENTRAR EM CONTACTO COM OS OLHOS: Enxaguar cuidadosamente com água durante vários minutos. Se usar lentes de contacto, retire-as, se tal lhe for possível. Continue a enxaguar. EM CASO DE exposição ou suspeita de exposição: Contacte imediatamente um CENTRO DE INFORMAÇÃO ANTIVENENOS ou um médico. | Aferido ao título t = 1,000 a 20°C Desvio: aprox. 0,1%/°C Validade limitada. A solução cristaliza abaixo de 18°C. Os cristais derretem-se reversivelmente mediante aquecimento.

Pericolo. Líquido e vapori infiammabili. Può essere corrosivo per i metalli. Provoca gravi ustioni cutanee e gravi lesioni oculari. Conservare lontano dal calore. Indossare guanti/ indumenti protettivi/ Proteggere gli occhi/ il viso. IN CASO DI INGESTIONE: sciacquare la bocca. NON provocare il vomito. IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI: sciacquare accuratamente per parecchi minuti. Togliere le eventuali lenti a contatto se è agevole farlo. Continuare a sciacquare. IN CASO DI esposizione o di possibile esposizione: Contattare immediatamente un CENTRO ANTIVENENI o un medico. | Regolato su titolo t = 1,000 a +20°C. Deviazione: ca. 0,1%/°C. Stabilità limitata. La soluzione cristallizza a temperature inferiori a 18 °C. I cristalli si fondono reversibilmente riscaldandoli.

Gevaar. Ontvlambare vloeistof en damp. Kan bijtend zijn voor metalen. Veroorzaakt ernstige brandwonden en oogletsel. Verwijderd houden van warmte. Beschermende handschoenen/ beschermende kleding/ oogbescherming/ gelaatsbescherming dragen. NA INSLUKKEN: de mond spülen. GEEN braken opwekken. BIJ CONTACT MET DE OGEN: voorzichtig afspülen met water gedurende een aantal minuten; contactlinsen verwijderen, indien mogelijk blijven spülen. NA (mogelijke) blootstelling: Onmiddellijk een ANTIGIFCENTRUM of een arts raadplegen. | Afgesteld op titer t = 1,000 bij +20°C. Afwijking: circa 0,1%/°C. Niet onbeperkt houdbaar. De oplossing kristalliseert onder de 18°C. De kristallen smelten omkeerbaar bij verhitting.

«Умное» портфолио Мерк



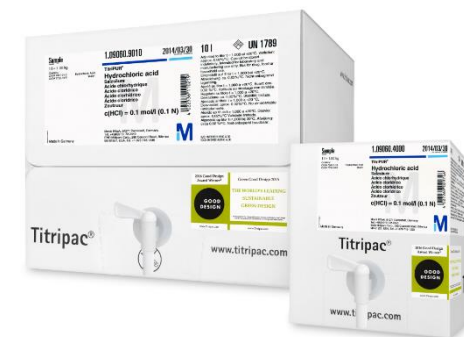
«Умные» стандарты

- Certipur® волюмометрические стандарты
- Aquastar® стандарты по Карл Фишеру



«Умные» титранты

- Titripur® волюмометрические растворы
- Aquastar® реагенты по Карл Фишеру



«Умные» титранты в упаковке Titripac®

- Titripur® волюмометрические растворы

Данные о титранте и стандарте на экране титратора:

Название реагента
Концентрация/титр
Дата
Срок годности
Номер партии
Неопределенность
Молекулярный вес
Дата внесения данных (initial operation) – при повторном использовании реагента она не меняется
Life span (срок использования реагента)

Titrant parameter		Tasks
Setup » Chemicals » Titrants » Parameters		
Name	KOH in Ethanol	<i>i</i>
Concentration	0.1 mol/L	<i>i</i>
Titer	1	123
Determination method	SmartChemical	<i>i</i>
Date / Time	03/11/2019 12:00:00 am	<i>i</i>
Performed by	Merck KGaA, Darmstadt, Ge...	<i>i</i>
<input type="button" value="Cancel"/> <input type="button" value="Print"/> <input type="button" value="Read SmartChemical"/> <input type="button" value="Save"/>		

Titer standard parameter		Tasks
Setup » Chemicals » Concentration and titer standards » Parameters		
Type	solid	<i>i</i>
Name	Benzoic acid	<i>i</i>
Purity	100 %	<i>i</i>
M	122.123 g/mol	<i>i</i>
Equivalent number	1	123
Lot/Batch	192401L	<i>i</i>
<input type="button" value="Cancel"/> <input type="button" value="Print"/> <input type="button" value="Read SmartChemical"/> <input type="button" value="Save"/>		

Titrant parameter		Tasks
Setup » Chemicals » Titrants » Parameters		
Initial operation	03/11/2019 12:00:00 am	<i>i</i>
Life span	12 Months	123
Expiry date	03/05/2020 12:00:00 am	<i>i</i>
Monitoring shelf life		<input checked="" type="checkbox"/>
Shelf life	02/01/2022 11:59:59 pm	<i>i</i>
Lot/Batch	HX86945015	<i>i</i>
<input type="button" value="Cancel"/> <input type="button" value="Print"/> <input type="button" value="Read SmartChemical"/> <input type="button" value="Save"/>		

Titer standard parameter		Tasks
Setup » Chemicals » Concentration and titer standards » Parameters		
Uncertainty	0.08 %	<i>i</i>
Date / Time	03/11/2019 12:00:00 am	<i>i</i>
Performed by	Merck KGaA, Darmstadt, Ge...	<i>i</i>
Monitoring usable life		<input type="checkbox"/>
Monitoring expiry date		<input checked="" type="checkbox"/>
Expiry date	02/01/2022 11:59:59 pm	<i>i</i>
<input type="button" value="Cancel"/> <input type="button" value="Print"/> <input type="button" value="Read SmartChemical"/> <input type="button" value="Save"/>		



Менеджмент данных и их контроль

- Дата внесения данных (начала измерений)
- Поставщик химических реагентов
- Тип титрования
- Контроль срока использования реагента (Life span) (срок годности раствора/стандарта) (определяется лабораторией после открытия упаковки)
- Срок годности в закрытой бутылке
- Следование нормативам – в соответствии с EP / USP / ISO 17025 / ISO Guide 34
- Дата определения титра и измерений

3S реагенты для волюметрического титрования

Подходят для системы OMNIS Metrohm для потенциометрического титрования



3S
Safe Smart
Secure



Полезная брошюра по Smartchemicals на русском языке



Supelco®
Analytical Products

MERCK

Connect

Цифровые решения для ТИТРОВАНИЯ

"Умные" реагенты (SmartChemicals) для современных титраторов

Новая технология титрования с использованием "умных" титрантов и стандартных образцов (SmartCO) позволяет характеризовать реагенты в титраторе, что экономит время анализа и снижает вероятность ошибочных результатов. Поднести бутылку реагента к титратору или выданную автоматически к титратору и прибор автоматически его характеризует.

Безошибочный перенос характеристик реагентов с помощью RFID технологии

Ручной ввод характеристик реагентов с оптической этикетки требует времени и prone к ошибкам.

При работе с умными реагентами не требуется характеризовать реагенты, поскольку они выдаются в предварительно откалиброванном титраторе по беспроводной технологии. На этикетках отпечатаны данные: растворитель, титрант, для метода Карла Фишера или стандартный образец и метод RFID-метки (повышенная идентификация). В этикетке хранятся все основные характеристики реагента, представленные в оптической этикетке.

Все характеристики реагента можно получить за одну секунду

Все данные, необходимые для выполнения анализа, расчета результатов и дозимитирования, автоматически передаются в титратор, на экран прибора, на ПК, на компьютер, концентрация и срок годности. Для стандартных образцов дополнительно указывается молярная масса, позволяющая определить точность, соответствие требованиям и другие данные.

Для работы открытые реагенты для титрования с использованием образцов из флакона титратора. Реагенты с истекшим сроком годности не являются пригодными для использования.

Преимущества работы с "умными" реагентами (SmartChemicals)

- Надежный перенос данных: обязательность реагента – получение характеристик реагента и стандартных образцов: сохраняется в прошивке титратора
- Простота использования реагентов – удобный перенос характеристик реагента в один шаг
- Получение индивидуальных данных – определение титра с помощью стандартных, хороших сроков годности реагента, соответствие нормативам, контроль за датой открытия бутылки с реагентом
- Эффективность работы – быстрый перенос характеристик реагента – экономия времени и отсутствие необходимости ручного ввода характеристик реагента и проверки дозировки

Благодарю за внимание!

Любые вопросы ждем на: mmrussia@merckgroup.com