

Potenciometriás titrálórendszer validálása (PQ)

<u>Az ellenőrzés tárgya:</u>	Titrínó
Gyártó:	Metrohm
Típusa:	736
Gyári szám:	12128
<u>Az ellenőrzés helye:</u>	Takarmányipari Szövetkezet, MEO Labor 4179. Hajdúbürgözd, Keverő tér 12.
<u>Az ellenőrzést végezte:</u>	Csík Csaba
<u>Használati etalonok:</u>	
Desztillált víz:	-
Trisz(hidroxil-metil)aminometán:	-
HCl-oldat	konc.: 0,100 mol/l; faktor: 1,011; faktormeghatározás dátuma: 2007. május 2.
Analitikai mérleg:	Sartorius A 200S, gyári száma: 36030307

1. Az ellenőrzés leírása:

A mérőcellába 30 – 120 mg trisz(hidroxil-metil)aminometánt bemérve 50 ml desztillált vízben feloldottuk. Az így kapott mintaoldatot 0,1 mol/l koncentrációjú HCl-oldattal dinamikus üzemmódban megtitráltuk. A kapott inflexiós ponthoz tartozó fogyásból, valamint a Sartorius A 200S típusú analitikai mérlegen mért bemérésekből kiszámítottuk a titráló ágens titer értékét. A fenti mérést kilencszer megismételve az alábbi eredményeket kaptuk:

2. Mérési eredmények:

No.	Bemérés [mg]	Fogyás [ml]	HCl-titer
1	117,8	9,729	0,9890
2	110,6	9,143	0,9881
3	99,3	8,199	0,9893
4	84,6	7,007	0,9862
5	86,0	7,114	0,9874
6	69,0	5,715	0,9862
7	60,4	4,993	0,9881
8	49,7	4,115	0,9865
9	39,5	3,272	0,9861
10	74,4	6,152	0,9878

3. Kiértékelés

A kapott adatokból átlagot, szórást és relatív szórást számoltunk. A bemérés-fogyás, illetve a fogyás-titer összetartozó adatpárjai által meghatározott pontokat ábrázoltuk koordináta-rendszerben (l. Melléklet). A pontokhoz tartozó regressziós egyenes meredekségét és a fogyás illetve a titer tengellyel való metszéspontját meghatároztuk.

	Bemérés	Fogyás	Titer
Átlag <Mean>:	79,13 mg	6,544 ml	0,9875
Szórás <s_{abs}>:	25,56 mg	2,109 ml	0,0012
Relatív szórás <s_{rel}>:	32,31 %	32,23 %	0,120 %

Metszék <a_{sys}> (fogyás/bemérés):	0,016 ml
Meredekség (fogyás/bemérés):	0,0825 ml/mg
Metszék (titer/fogyás):	0,9849
Meredekség <b_{T/Vol}> (titer/fogyás):	0,00039 l/ml
Rendszeres eltérés <d_{rel}>:	- 0,012 %

Metrohm ajánlás (252/1 e sorszámú Metrohm Application Bulletin) szerint

- **megfelelőnek minősül a potenciometriás titrálórendszer, ha:**

- a kapott titerek relatív szórása: $|s_{rel}| < 0,3 \%$ és
- a rendszeres eltérés: $|d_{rel}| < 0,5 \%$

A számított eredmények a megadott követelményeken belül vannak ($s_{rel}=0,12 \%$; $d_{rel} = -0,012\%$) tehát **a mérőrendszer a Metrohm ajánlás szerint megfelel.**

- rendszeres hibával terhelt a potenciometriás titrálás, ha:

- a bemérés-fogyás adatpárok által meghatározott pontokhoz számított regressziós egyenes a fogyás tengelyen kapott tengelymetszéke: $|a_{sys}| > 0,01 \text{ ml}$
- a bemérés-titer adatpárok által meghatározott pontokhoz számított regressziós egyenes meredeksége: $|b_{T/Vol}| > 0,001 \text{ l/ml}$.

A vizsgált paraméterek közül a_{sys} nem felel meg a megadott Metrohm-kritériumnak ($a_{sys}=0,016$). Feltételezésünk szerint az eltérés a tömegmérés rendszeres hibájából adódik (- 0,0002 g).

LAMBDA-MED Kft. elektroanalitikai csoport

Lambda - Med Kft. Elektroanalitikai Csoport H-1026 Budapest, Orsó u. 48.
E-mail: orso@lambda-med.hu Tel.: (36) 1 200-51-11 Fax.: (36) 1 391-00-13

Ügyiratszám: E270/2007

3/3 oldal

A Metrohm ajánlása alapján a fogyást korrigáltuk a_{sys} -szel, s a korrigált értékkel számoltunk tovább. Így az eredmények nem foglalják magukba a rendszeres hibát.

No.	Bemérés [mg]	Korrigált fogyás [ml]	HCl-titer
1	117,8	9,713	0,9906
2	110,6	9,127	0,9898
3	99,3	8,183	0,9912
4	84,6	6,991	0,9885
5	86,0	7,098	0,9897
6	69,0	5,699	0,9890
7	60,4	4,977	0,9913
8	49,7	4,099	0,9904
9	39,5	3,256	0,9909
10	74,4	6,134	0,9904

	Bemérés	Fogyás	Titer
Átlag <Mean>:	79,13 mg	6,544 ml	0,9875
Szórás <S_{abs}>:	25,56 mg	2,109 ml	0,0012
Relatív szórás <S_{rel}>:	32,31 %	32,23 %	0,120 %

Metszék <a_{sys}> (fogyás/bemérés):	0,0000 ml
Merekség (fogyás/bemérés):	0,0825 ml/mg
Metszék (titer/fogyás):	0,9906
Merekség <b_{T/Vol}> (titer/fogyás):	- 0,00007 l/ml
Rendszeres eltérés <d_{rel}>	- 0,0088 %

Hajdúbüggözd, 2007. május 6.

Lambda - Med Kft. Elektroanalitikai Csoport	H-1026 Budapest, Orsó u. 48.
E-mail: orso@lambda-med.hu	Tel.: (36) 1 200-51-11 Fax.: (36) 1 391-00-13

Hajdúbürgözd, 2007. május 6.

Ügyiratszám: E270/2007

Melléklet (1/2)

Potenciometriás titrálórendszer validálása

Mérési, számolási eredmények és grafikonos ábrázolásuk

<u>Az ellenőrzés tárgya:</u>	Titrínó
Gyártó:	Metrohm
Típus:	736
Gyári szám:	12128

736	Bemérés (mg)	Fogyás (ml)	HCl-titer
	117.8	9.729	0.9890
	110.6	9.143	0.9881
	99.3	8.199	0.9893
	84.6	7.007	0.9862
	86.0	7.114	0.9874
	69.0	5.715	0.9862
	60.4	4.993	0.9881
	49.7	4.115	0.9865
	39.5	3.272	0.9861
	74.4	6.152	0.9878
Átlag:	79.13	6.544	0.9875
Szórás:	25.57	2.109	0.0012
Rel.Szórás <%>:	32.31	32.23	0.120
Metszék (Fogyás/Mintatömeg) <ml>:		0.016	
Meredekség (Fogyás/Mintatömeg) <ml/mg>:		0.082	
Metszék (Titer/Fogyás):			0.9849
Meredekség (Titer/Fogyás) <1/ml>:			0.00039
Rendszeres eltérés <%>:			-0.012

Lambda - Med Kft. Elektroanalitikai Csoport

H-1026 Budapest, Orsó u. 48.

E-mail: orso@lambda-med.hu

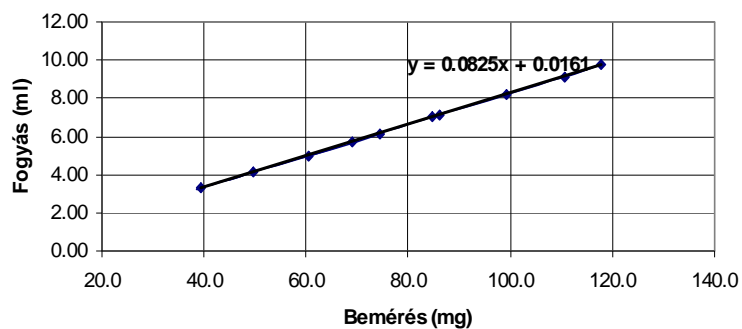
Tel.: (36) 1 200-51-11

Fax.: (36) 1 391-00-13

Ügyiratszám: E270/2007

Melléklet (2/2)

Fogyás/Bemérés diagram



Titer/Bemérés diagram

