



Application Note AN-T-246

Standardization of cationic surfactants by argentometric titration

Accurate assay determination of TEGO® trant with silver nitrate including near-infrared (NIR) quantification model

A well-known frequently used cationic surfactant (TEGO trant, also known as 1,3-didecyl-2-methylimidazolium chloride) is standardized in this Application Note. The stoichiometric chloride is titrated argentometrically with standardized silver nitrate, enabling an extremely precise determination of the assay. Therefore, the result determined is

equivalent to the total surfactant content, allowing the accurate calculation of the cationic surfactant concentration.

Furthermore, a quantification model was developed that uses NIR measurements in addition to titration. This enables users to quickly determine cationic surfactant content using only NIR spectroscopy.

INTRODUCTION

There are no primary or secondary standard methods for titrating or determining the active substance content of anionic and cationic surfactants. A cationic titrant is standardized using an anionic titrant, and vice versa. In short, the result of this titration is a sum parameter usually specified as «total surfactant content». This value is then used to determine the

content in the actual sample.

The major weakness of this type of standardization is the significant margin of error one must accept. Because the exact concentration of the titrant is unknown, conclusions about the analyzed sample can only be made with limited accuracy.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

This application is demonstrated on 25 different batches of TEGOtrant A100 (1,3-didecyl-2-

methylimidazolium chloride). The sample is ground into a fine powder before analysis.

EXPERIMENTAL

The determination is carried out using an OMNIS Sample Robot S – WSM, an OMNIS Professional Titrator equipped with OMNIS Dosing Modules, as well as a dAg Titrode along with an OMNIS NIR Analyzer Solid (Figure 1).

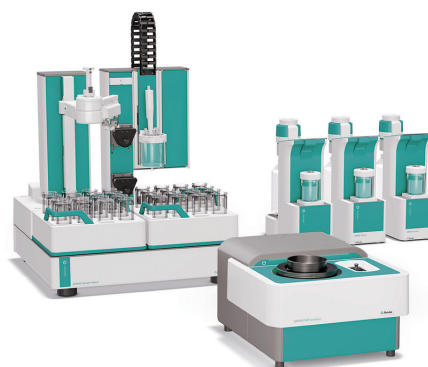


Figure 1. OMNIS Sample Robot S – WSM with OMNIS Professional Titrator and OMNIS Dosing Modules equipped with a dAg Titrode as well as an OMNIS NIR Analyzer Solid.

Titration

An appropriate amount of sample is weighed into the titration beaker, to which deionized water and a nitric acid solution are added. A titration is performed until

after the first equivalence point with standardized silver nitrate.

NIR spectroscopy

A sufficient amount of sample is added to the small cup NIR accessory. This is placed in the corresponding holder which is already mounted on the OMNIS NIR

Analyzer Solid.

Five determinations were carried out automatically in triplicate for each near-infrared measurement.

RESULTS

This method offers very accurate results, as displayed in **Table 1**. The comparative measurement of the control sample, summarized in **Table 2**, shows that the values from the titration and the NIR

measurement differ by only 0.5%. Exemplary titration and NIR measurements of TEGOtrant are given in **Figure 2** and **Figure 3**, respectively.

Table 1. Selected results of the potentiometric determination of TEGOtrant.

Sample (n = 3), batch number	Assay mean value in %	SD(rel) in %
20780065	96.16	0.3
11020053	94.11	0.1
11070002	95.65	0.3
00470397	95.19	0.1
00530513	93.71	0.3

Table 2. Summary of results for assay determination of the TEGOtrant «control sample» by titration and NIR.

Control sample, batch number	Assay mean value in %	SD(rel) in %
20650022 by titration (n = 6)	97.61	0.2
20650022 by NIR (n = 15)	98.13	0.3
Difference	0.52%	–

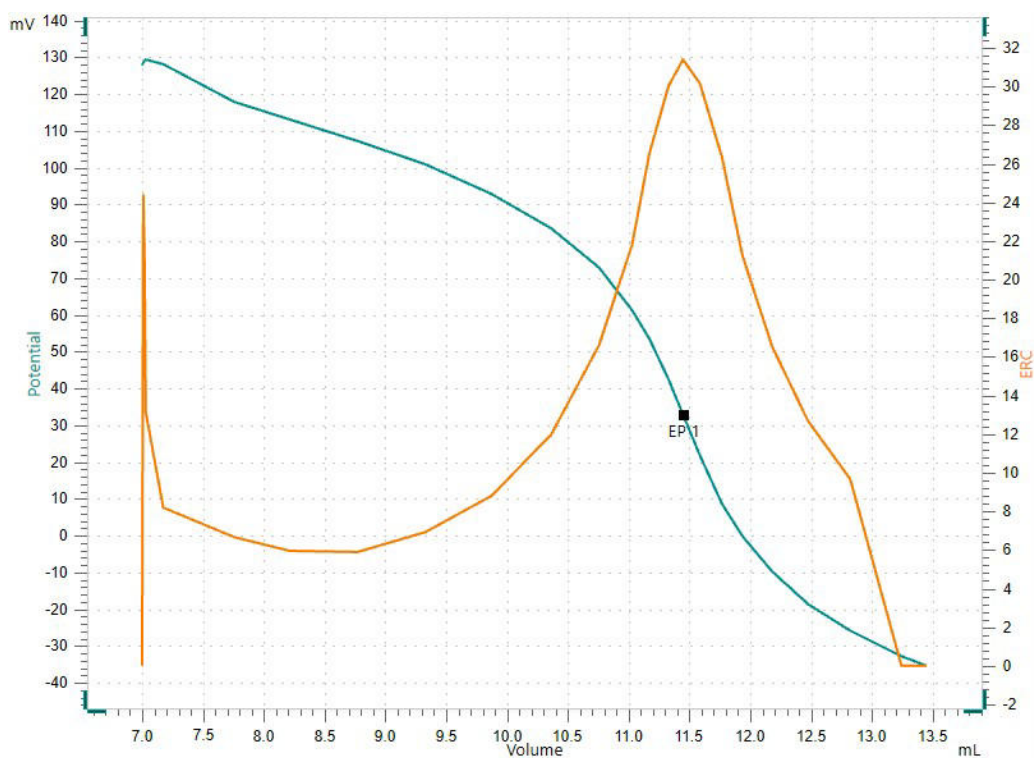


Figure 2. Titration curve of TEGOtrant with silver nitrate and the dAg Titrode.

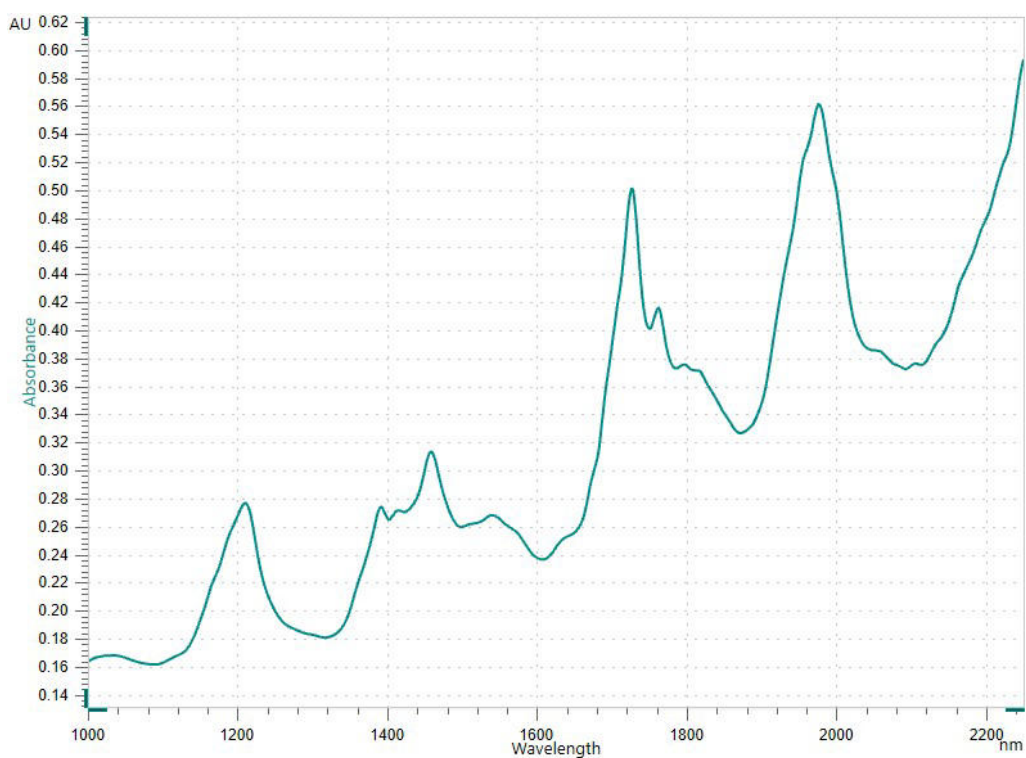


Figure 3. NIR spectrum of TEGOtrant between the wavelengths of 1000 nm and 2250 nm.

CONCLUSION

Potentiometric titration is an accurate and precise method that can be used to standardize the cationic surfactant TEGOtrant.

The OMNIS system used in this study is fully automated and enables fast and reliable cationic surfactant titration standardization. The argentometric determination with the digital Ag Titrode is highly accurate. Furthermore, the Ag_2S -

coated silver ring increases sensitivity, delivering even better results.

When used with the corresponding OMNIS NIR Analyzer Solid, OMNIS Software can easily create a quantification model on a single platform, offering users real added value for the TEGOtrant standardization.

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

CONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator ohne Rührer

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für die Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch). Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Rührer erweitert werden. Inklusive Funktionslizenz „Professional“ für die parallele Titration mit weiteren Titrier- oder Dosiermodulen.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Erweiterbar mit Magnet- und/oder Stabrührer
- Verschiedene Zylindergrößen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

- Endpunkttitration: Funktionslizenz „Basic“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch) mit 5-fach paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



OMNIS Dosing Module ohne Rührer

Dosiermodul zum Anschluss an einen OMNIS Titrator zur Erweiterung um eine zusätzliche Bürette für Titration/Dosierung. Erweiterbar mit einem Magnet- oder Stabrührer zur Verwendung als separater Titrierstand. Frei wählbare Zylindereinheit mit 5, 10, 20 oder 50 mL.



OMNIS Dosing Module ohne Rührer

Dosiermodul zum Anschluss an einen OMNIS Titrator zur Erweiterung um eine zusätzliche Bürette für Titration/Dosierung. Erweiterbar mit einem Magnet- oder Stabrührer zur Verwendung als separater Titrierstand. Frei wählbare Zylindereinheit mit 5, 10, 20 oder 50 mL.



OMNIS Dosing Module ohne Rührer

Dosiermodul zum Anschluss an einen OMNIS Titrator zur Erweiterung um eine zusätzliche Bürette für Titration/Dosierung. Erweiterbar mit einem Magnet- oder Stabrührer zur Verwendung als separater Titrierstand. Frei wählbare Zylindereinheit mit 5, 10, 20 oder 50 mL.



OMNIS Sample Robot S – WSM (1T/2P)

OMNIS Sample Robot S – WSM ausgestattet mit einem OMNIS Workstation Module mit zwei Pumpen zum Reinigen und Absaugen der Sensoren und Probengefäße, einer Arbeitsstation, Stabrührer, sowie umfangreichem Zubehör für den direkten Einstieg in die vollautomatisierte Titration. Das System bietet in zwei Probenracks Platz für 32 Probenbecher à 120 mL. Dieses modulare System wird komplett montiert geliefert und kann somit in kürzester Zeit in Betrieb genommen werden. Auf Wunsch kann das System mit noch zwei weiteren Peristaltikpumpen sowie einer weiteren Arbeitsstation ausgebaut werden um den Durchsatz zu verdoppeln. Sollten weitere Arbeitsstationen benötigt werden kann der Sample Robot S bis zu einem OMNIS Sample Robot der Grösse L ausgebaut werden, so dass Proben von sieben Racks an bis zu vier Arbeitsstationen parallel bearbeitet werden können um den Probendurchsatz zu vervierfachen.



dAg Titrode mit Ag₂S-Überzug

Digitale, kombinierte Silberingelektrode für OMNIS mit einer pH-Glasmembran als Referenzelektrode. Der Silberring ist für eine erhöhte Empfindlichkeit und bessere Nachweisgrenze mit Sulfid (Ag₂S) überzogen. Diese wartungsfreie Elektrode eignet sich für Fällungstitrations bei konstant bleibendem pH-Wert (Titriermittel Silbernitrat) von z.B.

- Chlorid, Bromid, Iodid
- Sulfiden
- Schwefelwasserstoff
- Mercaptane
- Cyanide

Diese Elektrode wird in dest. Wasser aufbewahrt. dTodes können an OMNIS Titratoren verwendet werden.



OMNIS NIR Analyzer Solid

Nahinfrarot-Spektrometer für feste und viskose Proben.

Der OMNIS NIR Analyzer ist die nach Schweizer Qualitätsstandards entwickelte und produzierte Nahinfrarot-Spektroskopie (NIRS) Lösung für die Routineanalytik entlang der gesamten Produktionskette. Die Nutzung neuester Technologien und die Einbindung in die moderne OMNIS Software spiegeln sich in der Geschwindigkeit, der Bedienbarkeit und dem flexiblen Einsatz dieser NIR-Spektrometer wider.

Die Vorteile des OMNIS NIR Analyzer Solid im Überblick:

- Messungen von Feststoffen und viskosen Proben in weniger als 10 Sekunden
- Automatisierte Mehrpositionenmessungen für reproduzierbare Ergebnisse auch bei inhomogenen Proben
- Einfache Einbindung in ein Automationssystem oder Verknüpfung mit weiteren Analysetechnologien (Titration)
- Unterstützung zahlreicher Probengefäße.