



Application Note AN-T-239

Nichtwässrige Titration von schwachen Basen mit Perchlorsäure

Schnelle und genaue Bestimmung der Aminzahl mit Perchlorsäure durch nichtwässrige Titration

Amine sind schwache Basen und werden in industriellen chemischen Prozessen sowie in Arzneimitteln verwendet. Ein wichtiger Parameter und Qualitätsindikator ist der Aminwert (ausgedrückt in mg KOH/g Probe). Schwache Basen wie Amine können in aprotischen Lösungsmitteln mit guter Genauigkeit titriert werden, wenn eine sehr starke Säure als Titrimittel verwendet wird. Die stärkste Säure in nichtwässrigen Medien ist Perchlorsäure in Eisessig. Auch das verwendete Lösungsmittel spielt

bei der Analyse eine wichtige Rolle. Essigsäure mit <1% Wassergehalt ist ein hervorragendes Lösungsmittel für schwache Basen. In dieser Application Note wird die nichtwässrige Perchlorsäuretitration von Aminen vorgestellt. Konkret wird die Konzentration von Triethanolamin (TEOA) durch Titration mit Perchlorsäure in Eisessig unter Verwendung einer Solvotrode easyClean und Lithiumchlorid in Ethanol als Elektrolyt bestimmt.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Diese Anwendung wird am Beispiel von Triethanolamin demonstriert. Eine

Probenvorbereitung ist nicht erforderlich.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

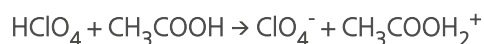
Die Bestimmungen werden auf einem Eco-Titrator durchgeführt, der mit einer Solvotrode easyClean mit

integriertem Pt1000-Temperatursensor ausgestattet ist (Abbildung 1).

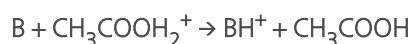


Abbildung 1. Eco Titrator mit einer Solvotrode easyClean (Best.-Nr. 6.0229.010)

Perchlorsäure (HClO_4) reagiert mit Essigsäure (CH_3COOH), um ein starkes Acidiumion zu bilden, wie in dieser Gleichung gezeigt:



Dann reagiert die zu bestimmende schwache Base (B) mit dem Acidiumion in einer Neutralisationsreaktion:



Das starke dissoziierte Acidiumion garantiert einen

deutlichen Potentialsprung und klar erkennbaren Äquivalenzpunkt auch bei der Titration schwacher Basen.

Eine entsprechende Menge der Probe wird in das Titrationsbecherglas eingewogen, dann wird Eisessig zugegeben. Anschließend wird die Lösung bis nach dem ersten Äquivalenzpunkt mit standardisierter Perchlorsäure in Eisessig titriert.

ERGEBNISSE

Diese Methode liefert sehr genaue Ergebnisse, wie in **Tabelle 1** dargestellt. Eine beispielhafte Titrationskurve von TEOA mit HClO_4 ist in **Abbildung 2**

dargestellt und zeigt den starken Spannungssprung am Äquivalenzpunkt.

Tabelle 1. Ergebnisse der potentiometrischen Titration von Triethanolamin (n=6).

Stichprobe (n=6)	Aminwert (mg KOH/g)	Wiederfindung (%)
Mittelwert	375,42	99,83
SD(abs)	2,79	0,74
SD(rel) in %	0,7	0,7

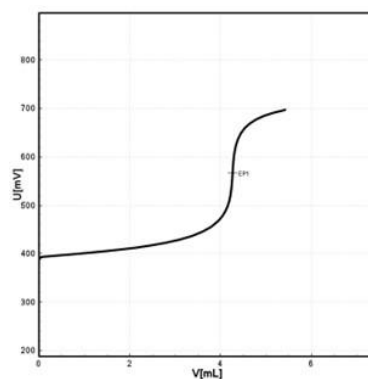


Abbildung 2. Titrationskurve für Perchlorsäure mit einem Äquivalenzpunkt.

FAZIT

Es ist nicht immer möglich, schwache Säuren oder Basen in wässrigen Lösemitteln genau zu titrieren. Die Proben sind oft nicht wasserlöslich, oder das Potential der Titration ist zu gering für eine klare Auswertung. In solchen Fällen werden nichtwässrige Titrationsen empfohlen. Ein Beispiel dafür ist die Titration von Perchlorsäure in Eisessig für schwach basische Substanzen. Der kompakte Eco Titrator mit integriertem Magnetrührer und berührungssensitiver

Bedienoberfläche ist ideal für die nichtwässrige Titration von schwachen Basen mit Perchlorsäure. Das System bietet eine benutzerfreundliche Handhabung zu einem attraktiven Preis. Der Eco Titrator ist kompakt und nimmt nur wenig Platz auf dem Labortisch ein. Vorinstallierte Methoden machen es auch Anwendern ohne Laborerfahrung leicht, schnell präzise, zuverlässige und GLP-konforme Ergebnisse zu erhalten.

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

GERÄTEKONFIGURATION



Eco Titrator Oil

Der kompakte Eco Titrator mit eingebautem Magnetrührer und touch-sensitivem User Interface ist der ideal für die Routineanalytik. Er liefert jederzeit GLP-konforme Ergebnisse bei minimalem Platzbedarf.

Der Eco Titrator Oil bietet Ihnen das komplette Paket für die Bestimmung der Säure- oder Basenzahl in petrochemischen Produkten. Im Paket enthalten sind Titrator, eine Zylindereinheit 20 mL sowie eine Solvotrode EasyClean, eine kombinierte pH-Elektrode speziell entwickelt für die nichtwässrige Säure/Base-Titration.



Solvotrode easyClean (Fixkabel 1.2 m)

Kombinierte pH-Elektrode mit flexiblem easyClean Diaphragma und Fixkabel (1.2 m) für alle nichtwässrigen Säure/Base-Titrationen.

Die Glasmembran ist für schlecht leitende Lösungen optimiert, und dank des einfach zu reinigenden easyClean Diaphragmas eignet sich diese Elektrode auch für sehr schmutzige Proben (z.B. Altöl).

Die Elektrode kann mit nichtwässrigen Referenzelektrolyten (Lithiumchlorid oder Tetraethylammoniumbromid) verwendet werden. Aufbewahrung im entsprechenden Referenzelektrolyt.

Die Solvotrode easyClean ist unter der Artikelnummer 6.0229.020 ebenfalls in einer fixen Kabellänge von 2.0 m erhältlich.