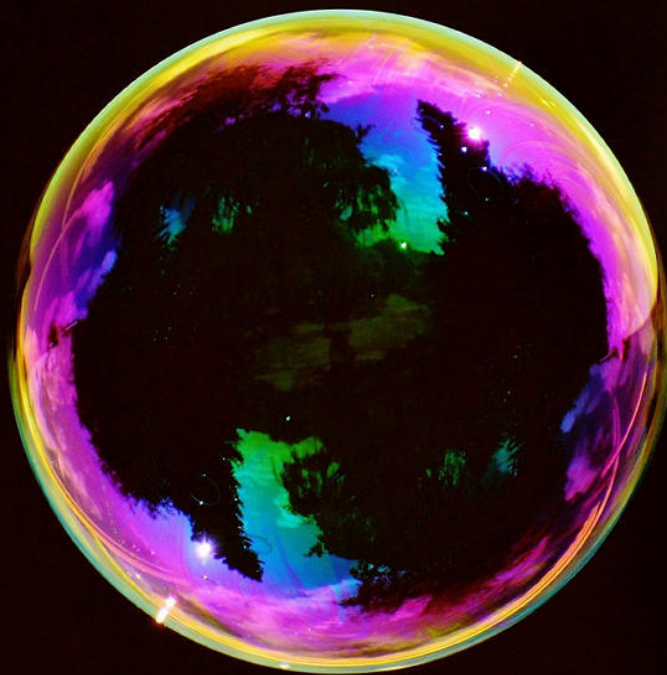




Application Note AN-T-245

Photometric determination of ionic surfactants by two-phase titration

Accurate and reliable results with the Optrode according to the classical Epton titration

The two-phase Epton titration method is the standard approach for titrating ionic surfactants. It is used whenever the delivery conditions specify this method or when potentiometric surfactant titration cannot be carried out, such as with powdered washing agents. This Application Note presents the two-phase titration

of ionic surfactants according to Epton. The titration is optimized for the OMNIS Software. Specifically, the concentration of sodium dodecyl sulfate (SDS) in shower gel is determined by titration with hyamine using an Optrode M2.

INTRODUCTION

Two-phase titrations were first developed in the early 1930s and still continue to be improved upon. In 1947, chemist S. R. Epton developed the Epton titration method. In this first iteration, an anionic sample is mixed with methylene blue in diluted sulfuric acid (as an indicator), and chloroform. Vigorous shaking forms an ionic salt that is extracted into the chloroform, turning the phase a blue color. Titrating with the classical cationic surfactant cetylpyridine bromide causes the color to slowly migrate into the upper aqueous phase. The endpoint is reached when both phases turn blue.

In the 1960s, Holness and Stone developed the

method into its current form. They replaced methylene blue with a mixed indicator, dimidium bromide-disulfine blue, and used Hyamine® 1622 as cationic titrant. This new indicator clearly improved endpoint recognition because the color change is only observed in the chloroform phase. The chloroform phase is red in the presence of excess anionic surfactant ions and blue in the presence of excess cationic surfactant ions.

Depending on the titrant (e.g., hyamine or SDS), either anionic or cationic surfactants can be titrated. Despite this, the term «Epton titration» has stuck and is still used today.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

This application is demonstrated on shower gel.

Sample preparation is not required.

EXPERIMENTAL

The determination is carried out on an OMNIS Professional Titrator equipped with OMNIS Dosing Modules (**Figure 1**) as well as an Optrode M2.

An appropriate amount of sample is weighed into the titration beaker, then deionized water, mixed indicator (dimidium bromide-disulfine blue), and chloroform are added. The solution is titrated with standardized hyamine until after the first equivalence point is achieved using a wavelength of 520 nm.



Figure 1. The OMNIS Professional Titrator with OMNIS Dosing Modules (shown here) are ideal for two-phase titrations of ionic surfactants when equipped with the Optrode M2.

RESULTS

The Epton titration method offers very accurate results, as displayed in **Table 1**. An exemplary titration curve of SDS in shower gel with hyamine is given in **Figure 2**, showing the sharp jump in voltage at the equivalence point.

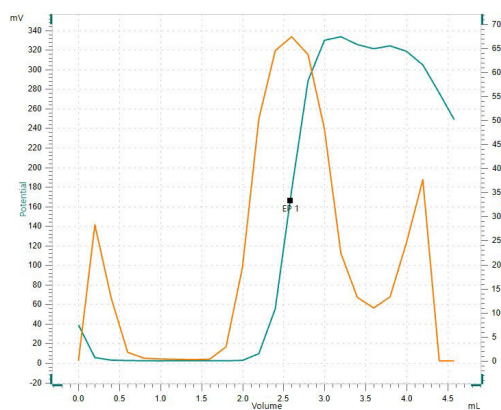


Figure 2. Epton titration curve at 520 nm with one equivalence point.

Table 1. Results of the Epton titration of SDS in shower gel (n = 6).

Sample (n = 6)	SDS (%)	SDS (mmol/100g)
Mean value	5.09	17.65
SD(abs)	0.05	0.19
SD(rel) in %	1.1	1.1

CONCLUSION

Precise and reliable determination of ionic surfactants according to the Epton two-phase titration can be achieved using an OMNIS system. The Optrode M2,

with its glass shaft, is fully resistant against solvents and is therefore ideal for surfactant titrations with chloroform.

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator mit Magnetrührer

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für Stand-alone-Betrieb oder als Herzstück eines OMNIS Titrationssystems 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 Stabrührer 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
- Anschlussmöglichkeit für einen 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.



Optrode M2

Optischer Sensor für photometrische Titrations mit 8 verfügbaren Wellenlängen. Die Umschaltung der Wellenlänge kann softwaregesteuert (ab tiamo 2.5) oder mit einem Magnet erfolgen. Der Glasschaft ist komplett lösungsmittelresistent und einfach zu reinigen. Der platzsparende Sensor ist z.B. geeignet für:

- nichtwässrige Titrations nach USP oder EP
- Bestimmungen von Carboxylendgruppen
- TAN/TBN nach ASTM D974
- Sulfatbestimmung
- Fe, Al, Ca in Zement
- Wasserhärte
- Chondroitinsulfat nach USP

Der Sensor ist nicht geeignet für Bestimmungen von Konzentrationen durch die Messung der Farbintensität (Kolorimetrie).



Titrationgefäß 50 – 150 mL

Titriergefäß 50 – 150 mL mit Schraubverschluss für die Verwendung mit Titriergefäßoberteilen 6014050X0.