



Application Note AN-H-144

Eisen(II) in Eisen-Saccharose-Injektionsampullen

Schnelle und zuverlässige Bestimmung durch thermometrische Titration

Eisen-Saccharose-Injektionen werden bei der Behandlung von Eisenmangelanämie eingesetzt. Sie enthalten eine Mischung aus Eisen(III)-Eisen (Fe^{3+}) und Eisen(II)-Eisen (Fe^{2+}). Der Eisen(II)-Gehalt kann durch Subtraktion des Eisen(III)-Gehalts vom ermittelten Gesamteisengehalt bestimmt werden. Dadurch erhöht sich jedoch der Messfehler aufgrund der Fehlerfortpflanzung. Die alternative Bestimmung von Eisen(II) mit Cer(IV) durch potentiometrische Titration kann schwierig sein, da der Äquivalenzpunkt nicht immer eindeutig bestimmt werden kann. Die Bestimmung durch thermometrische Titration ist eine robustere und damit zuverlässigere Alternative, www.metrohm.com

da diese Methode von der Probenmatrix unbeeinflusst ist.

Dabei wird der Endpunkt der Titration durch einen schnell-reagierenden thermometrischen Sensor angezeigt. Die Endpunktserkennung wird weiter verbessert, indem die Probe mit 0,2 % Ammoniumeisen(II)-sulfat versetzt wird, was die Zuverlässigkeit der Bestimmung erhöht. Im Vergleich zur potentiometrischen Titration ist die thermometrische Titration schneller und komfortabel, da keine Wartung des Sensors erforderlich ist. Eine Bestimmung dauert etwa 2-3 Minuten.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Methode wird an drei Chargen von Eisen-Saccharose-Lösung demonstriert. Der Inhalt mehrerer Ampullen der gleichen Charge wird in einem Zentrifugenröhrchen vereinigt, das zuvor mit

Stickstoff geflutet wurde. Das Zentrifugenröhrchen wird anschließend fest verschlossen, um das Eindringen von Luft zu verhindern.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Für diese Anwendung wird ein OMNIS Titrator verwendet, der mit einer dThermoprobe ausgestattet ist und von der OMNIS-Software gesteuert wird (Abbildung 1).

Ein aliquoter Teil der Probe wird direkt in das Titrationsgefäß eingewogen. Sowohl die Spike-Lösung (Eisen(II)-ammoniumsulfat) zur besseren Erkennung des Endpunkts als auch verdünnte Schwefelsäurelösung werden der Probe zudosiert. Das Gemisch wird dann mit entionisiertem Wasser auf ein Gesamtvolumen von ca. 30 mL aufgefüllt. Die Probe wird mit standardisierter Ammoniumnitrat-Lösung bis nach dem exothermen Endpunkt titriert.



Abbildung 1. OMNIS Titrator mit einer dThermoprobe.
Beispielaufbau für die thermometrische Titration von Eisen.

ERGEBNISSE

Die Analyse liefert akzeptable und reproduzierbare Ergebnisse mit einem eindeutigen exothermen Endpunkt. Die Ergebnisse sind in **Tabelle 1**

zusammengefasst, und eine Beispieltitrationskurve ist in **Abbildung 2** dargestellt.

Tabelle 1. Mittlerer Eisengehalt bestimmt durch thermometrische Titration (n = 3).

Batch	Fe(II) / %	SD(abs) / %
1	0.238	0.001
2	0.220	0.007
3	0.227	0.003

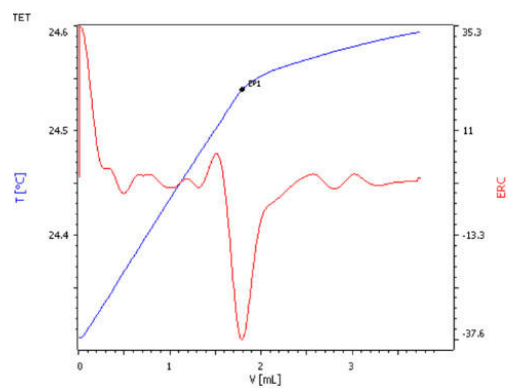


Abbildung 2. Beispiel einer Titrationskurve für die Bestimmung von Eisen(II) durch thermometrische Titration.

FAZIT

Die Bestimmung von Eisen(II) durch thermometrische Titration ist eine schnelle und zuverlässige Methode, um den Fe^{2+} -Gehalt allein zu bestimmen, unabhängig von der Probenmatrix. Außerdem ist nur eine Titration erforderlich, während für die potentiometrische

Titration zwei Titrationsen notwendig sind.

Die dThermoprobe erfordert weder Wartung noch Konditionierung oder andere Vorbereitungsschritte, was die thermometrische Titration einfach und komfortabel macht.

Internal reference: AW TI CH1-1268-01201

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

KONFIGURATION



OMNIS Titrator mit Magnetrührer, ohne Funktionslizenz

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für Stand-alone-Betrieb oder als Herzstück eines OMNIS Titrationssystems. 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. Dank verschiedenen Software-Funktionslizenzen sind verschiedene Messmodi und Funktionalitäten möglich.

- 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 paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



dThermoprobe

Hochempfindlicher digitaler Temperaturfühler für die thermometrische Titration mit OMNIS.

Die Thermoprobe hat eine kurze Ansprechzeit und eine hohe Auflösung und ermöglicht die präzise Erfassung von kleinsten Temperaturänderungen.

Dieser Sensor kann in wässrigen und nichtwässrigen Lösungen verwendet werden, die kein HF enthalten, wie z.B. die Bestimmung von:

- Säurezahl (TAN) nach ASTM D8045
- Basenzahl (TBN)
- freie Fettsäuren
- Ca/Mg Bestimmung
- Phosphat



Zylindereinheit OMNIS spezial 10 mL

Intelligente Zylindereinheit 10 mL für einen OMNIS Titrator, Titration Module oder Dosing Module. Diese Zylindereinheit wird speziell für die folgenden Lösungen empfohlen:

- Wässrige alkalische Lösungen
- Titrant 5
- Silbernitrat Lösungen
- Nichtwässrige alkalische Lösungen
- Permanganat Lösungen
- EDTA Lösungen

Inklusive Dosierschläuchen und Antidiffusionsbürettenspitze.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Funktionslizenz Thermometric Titrator

Funktionslizenz "Thermometrischer Titrator" für den OMNIS Titrator

Beinhaltet die Funktionsmodi:

- Thermometrische Titration (TET)
- MEAS U / T / pH
- Liquid Handling
- Titration nur mit interner Bürette eines OMNIS Titrators