

# Application Bulletin

D'intérêt pour:	Chimie analytique générale, chimie organique, industrie pharmaceutique	P 1, 3, 4
-----------------	--	-----------

## Détermination de solides acides et basiques par titrage non aqueux

### Résumé

L'analyse d'acides et de bases est une tâche bien connue en chimie analytique. Avec ce système entièrement automatisé, l'utilisateur n'a qu'à prélever et à peser l'échantillon. ProcessLab s'occupe de manière autonome du reste.

Pour la détermination de la teneur d'acides et de bases, un système ProcessLab automatisé est utilisé. La manipulation des solvants requis est effectuée à l'aide des burettes et pompes fournies par ProcessLab. L'identification des échantillons est réalisée avec un lecteur de code barres.

Une portion de l'échantillon est pesée et le résultat est automatiquement transféré à **tiamo**<sup>TM</sup>. Selon le genre d'échantillon, **tiamo** démarre et effectue un titrage d'acide ou de base avec la solution non aqueuse correspondante.

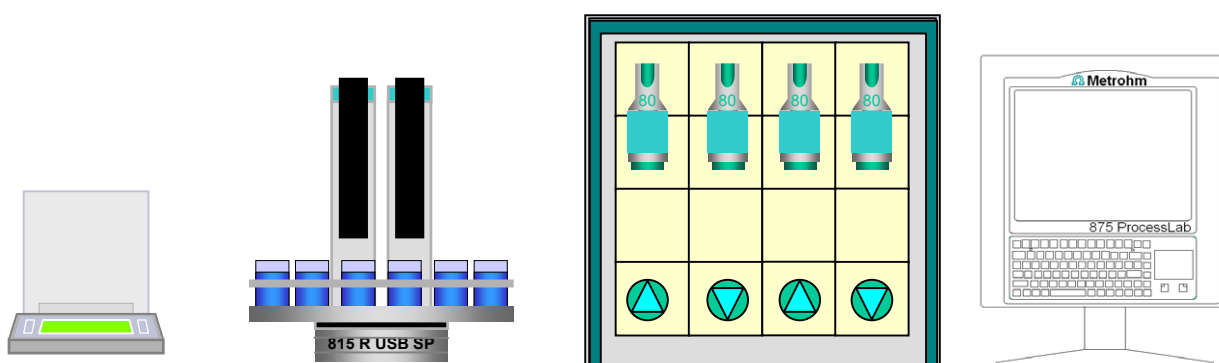
### Caractéristiques/informations générales

- Détermination par titrage non aqueux d'acides et de bases au sein d'un seul système
- Le lecteur de code barres offre une sélection de la méthode automatique par l'utilisation de codes barres prédéfinis
- La balance intégrée permet une opération facile et prévient des fautes de frappe
- Le système peut être utilisé pour déterminer la teneur dans n'importe quel matériau approprié, par exemple du matériau brut ou des produits finis
- Le niveau du réactif est surveillé par des capteurs en option qui avertiront quand une intervention manuelle est requise
- Des périphériques supplémentaires pour le contrôleur I/O permettent la sortie de données mesurées ou calculées, par exemple l'envoi d'un résultat à un système de contrôle de process, ou bien la réception de signaux externes, par exemple une densité provenant d'un densimètre

Le système est très flexible et peut facilement être adapté aux besoins spécifiques. Une armoire supplémentaire de réactifs est disponible en option et peut être installée directement sous ProcessLab. Elle offre suffisamment de place pour tous les réactifs, ce qui rend ProcessLab encore plus confortable.

**Matériel utilisé (uniquement les pièces importantes ont été listées)**

- 1 x 2.875.0010; Unité de base ProcessLab 875, charnières à gauche, 1 Metrohm Dosing & Measuring Controller (y compris IPC, contrôleur I/O et écran TFT/ terminal avec clavier)
- 2 x 6.7201.000; Amplificateur de mesure
- 4 x 2.800.0010; Dosino 800
- 2 x 6.3032.220; Burette 20 mL
- 2 x 6.3032.250; Burette 50 mL
- 4 x 6.7205.0X0; Pompe péristaltique
- 1 x 2.815.0110; Processeur d'échantillons Robotic USB 815 XL, 2 stations de travail et 2 pompes
- 2 x 2.786.0040; Swing Head
- 2 x 6.0229.100; Solvotrode (1 x 6.2312.010 LiCl dans EtOH, 1 x 6.2320.000 TEABr dans éthylèneglycol)
- Différents entrées et sorties, p.ex. sortie numérique ou analogique
- Lecteur de code barres, USB
- Réservoir de réactifs si nécessaires (2.5, 5, 10 et 20 L), y compris capteur de niveau
- Armoire à réactifs
- Balance contrôlée par **tiamo**

**Configuration des parties humides et vue d'ensemble du système**




---

### Réactifs

- Réactif de titrage  $c(\text{TBAOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$  dans 2-propanol/méthanol
- Réactif de titrage  $c(\text{HClO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$  dans acide acétique
- Solvants selon l'échantillon, p.ex. acide acétique ou acétone
- Tampon pH=4 et 7 pour l'étalonnage des électrodes

---

### Étalonnage et stockage de la Solvotrode

- L'électrode doit être étalonnée régulièrement, par exemple une fois par semaine.
- La Solvotrode est stockée dans l'électrolyte correspondant quand elle n'est pas en service.
- Dans un environnement où ProcessLab fonctionne 24 heures sur 24, il faut contrôler l'électrode plus fréquemment que dans un laboratoire conventionnel.

---

### Analyse

Ces paramètres varient en fonction du type d'échantillon. Veuillez utiliser les mêmes paramètres pour le titrage du standard et de l'échantillon.

### Mode opératoire

L'échantillon est pesé dans un bécher et la pesée est automatiquement envoyée à **tiamo** en pressant la touche «Print» (impression) de la balance. L'utilisateur peut alors numériser le code barres avec le lecteur, et l'une des deux méthodes est alors sélectionnée (**tiamo** identifie la chaîne du code barres prédéfinie). Le lecteur de code barres est très utile ici et simplifie le maniement du système.

Lorsque tous les échantillons ont été enregistrés, le système est démarré à l'aide de la touche «Start» (démarrer) de **tiamo**. ProcessLab effectue alors le titrage selon la méthode sélectionnée.

### Détermination de solides basiques – titrage avec $\text{HClO}_4$

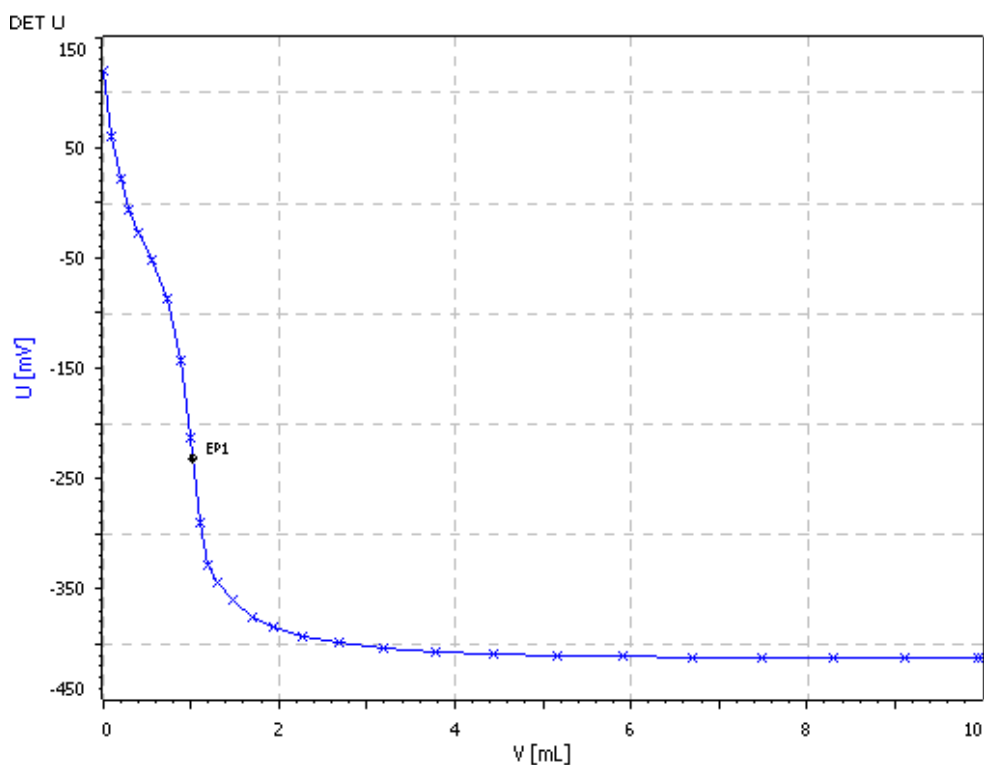
Ajouter 50 mL d'acide acétique à l'échantillon en agitant. Quand l'échantillon est dissous, les parois du récipient sont rincées avec de l'acide acétique pour que tout l'échantillon soit recueilli. Si la dérive reste sous une certaine limite (ici 3 mV/min), le titrage démarre et se déroule jusqu'au premier point d'inflexion. Le récipient est ensuite vidé et lavé. La tête de titrage se dirige à la position de lavage où l'électrode, les pointes et l'agitateur sont nettoyés. Le résultat sert alors pour calculer la teneur de l'échantillon.

### Détermination de solides acides – titrage avec TBAOH

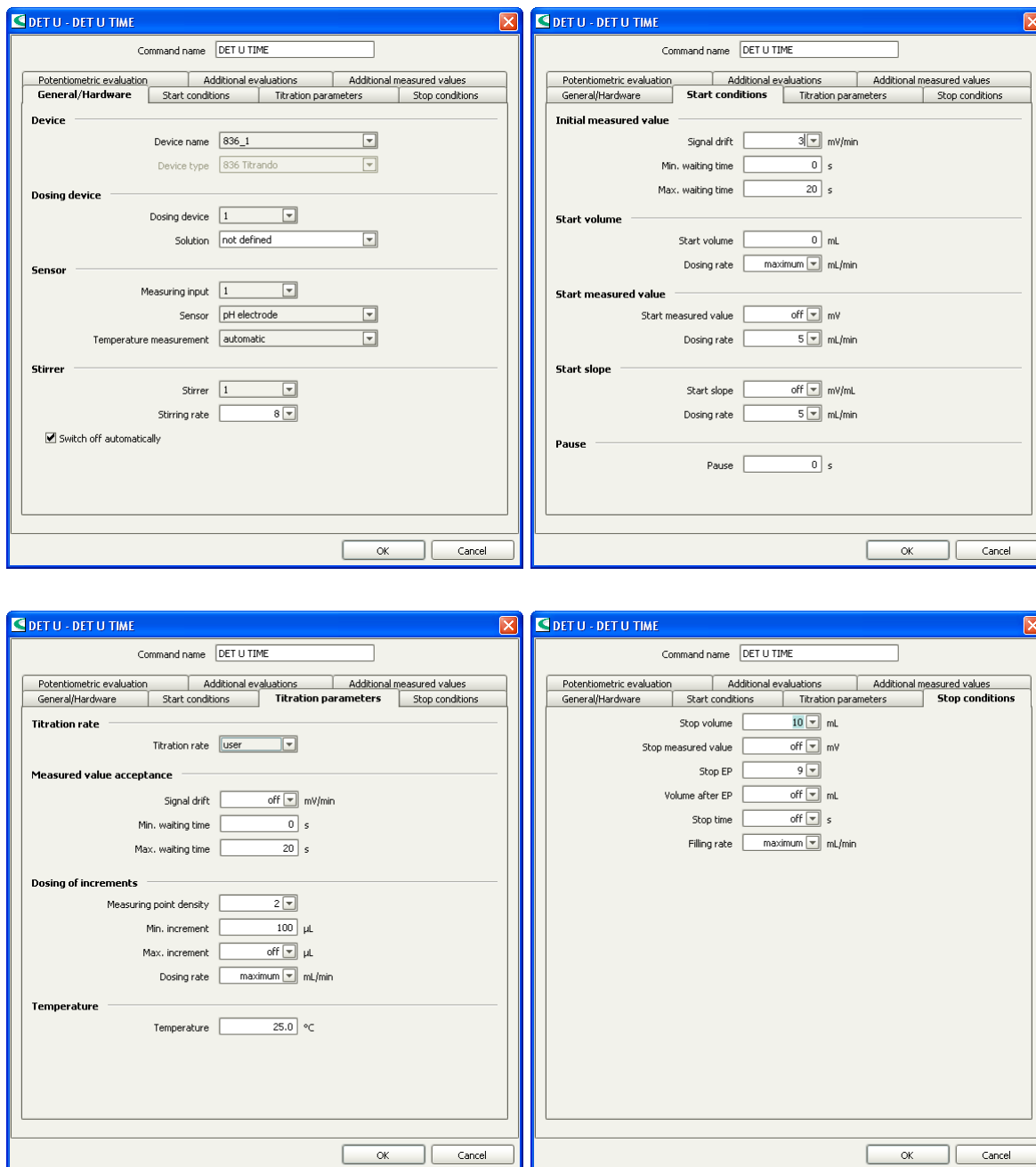
Ajouter 50 mL d'acétone et 20 mL d'eau déminéralisée pour dissoudre l'échantillon en agitant. Les parois du récipient sont rincées avec de l'eau déminéralisée pour que tout l'échantillon soit recueilli. Lors de la phase suivante, le titrage est démarré, et quand le point final est atteint, le récipient est nettoyé et la tête de titrage se dirige vers la position de lavage. Une fois terminé, **tiamo** calcule les résultats et sort un rapport.

## Exemple pratique

### Titration d'une substance acide avec TBAOH



## Paramètres



The figure displays four screenshots of the 'DET U - DET U TIME' software interface, showing different configuration tabs for a titration method.

**Top Left Screenshot (General/Hardware tab):**

- Command name: DET U TIME
- Device: Device name (836\_1), Device type (836 Titrando)
- Dosing device: Dosing device (1), Solution (not defined)
- Sensor: Measuring input (1), Sensor (pH electrode), Temperature measurement (automatic)
- Stirrer: Stirrer (1), Stirring rate (8)
- Switch off automatically:

**Top Right Screenshot (Start conditions tab):**

- Initial measured value: Signal drift (3 mV/min), Min. waiting time (0 s), Max. waiting time (20 s)
- Start volume: Start volume (0 mL), Dosing rate (maximum mL/min)
- Start measured value: Start measured value (off mV), Dosing rate (5 mL/min)
- Start slope: Start slope (off mV/mL), Dosing rate (5 mL/min)
- Pause: Pause (0 s)

**Bottom Left Screenshot (Titration parameters tab):**

- Titration rate: Titration rate (user)
- Measured value acceptance: Signal drift (off mV/min), Min. waiting time (0 s), Max. waiting time (20 s)
- Dosing of increments: Measuring point density (2), Min. increment (100 µL), Max. increment (off µL), Dosing rate (maximum mL/min)
- Temperature: Temperature (25.0 °C)

**Bottom Right Screenshot (Stop conditions tab):**

- Stop volume (10 mL), Stop measured value (off mV), Stop EP (9), Volume after EP (off mL), Stop time (off s), Filling rate (maximum mL/min)

## Bibliographie

- Bruttel, P. (2001), Non-aqueous titration of acids and bases with potentiometric endpoint indication, monographie Metrohm 8.024.5003 (en anglais)
- Gros, Prof. Dr. Leo, Bruttel, P., von Kloeden, M. (2005) Practical titration, monographie Metrohm 8.029.5003 (en anglais)
- Haider, Dr. C., Électrodes en potentiométrie, monographie Metrohm 8.015.5002