



1 Surfactant-Elektroden / Surfactrodes

1.1 Allgemeines

Prüfen Sie unmittelbar nach Erhalt der Elektrode, ob sie einwandfrei funktioniert. Elektroden, die nicht einwandfrei funktionieren, müssen innerhalb von zwei Monaten (vom Tag der Lieferung an gerechnet) zur Garantieabklärung eingesandt werden. Wenn der Defekt nachweisbar auf einem Materialfehler oder Herstellungsfehler beruht, wird die Elektrode kostenlos ersetzt. Die Transportkosten gehen zu Lasten des Käufers.

Für alle Tensidelektroden wird zusätzlich eine externe Referenzelektrode, z. B. 6.0726.100 benötigt. Umfassende Applikationshinweise finden Sie unter www.metrohm.com/com/Applications.

1.2 Sensoren für wässrige Titrationsen

Diese werden hauptsächlich dann eingesetzt, wenn es sich um "problemlose" Proben handelt. Die Analytik ist im Gegensatz zur manuellen Zweiphasentitration nach Epton (wo giftiges Chloroform verwendet wird) umweltfreundlich.

1.2.1 Surfactant-Elektroden

Folgende Application Bulletins (AB) geben Auskunft über die wässrige Titration von Tensiden:

AB 233: Ionische Tenside

AB 263: Nichtionische Tenside

Die Elektroden sind nicht lösungsmittelbeständig, da ihre Membran PVC enthält. Kurzzeitig kann mit Methanol gespült oder gereinigt werden. Für den Dauereinsatz sollte ein Methanolanteil von 5 % nicht überschritten werden.

Behandlung der Elektroden



VORSICHT

Behandeln Sie die Elektroden nie im Ultraschallbad, da dies zu Schäden führen kann.



VORSICHT

Die Elektrode ist unbeständig gegenüber den meisten organischen Lösungsmitteln (PVC-Membran). Chloroform, Kohlenwasserstoffe, Aceton, Methylisobutylketon, Tetrahydrofuran etc. zerstören die Elektrode. Hohe Anteile an Methanol oder Ethanol verkürzen die Lebensdauer der Elektrode.

- Die Elektrode trocken aufbewahren.
- Zum Konditionieren der Elektrode zwei bis drei Probetitrationen durchführen, ohne die Titrationsdaten zu verwenden.
- Anhaftende Niederschläge mit einem weichen, methanolfeuchten Tuch vorsichtig entfernen. Im Betrieb mit Probenwechseln die Elektrode für kurze Zeit unter Rühren in Methanol eintauchen.
- Mit der Elektrode können unter Normalbedingungen einige tausend Titrations durchgeföhrt werden. Ein Nachlassen ihrer Empfindlichkeit zeigt sich in flacher werdenden Titrationskurven und einem verkürzten Potentialbereich. Kurzfristig kann eine solche Elektrode wie folgt regeneriert werden:
 - "Ionic Surfactant"-Elektrode: Ca. 30 min eintauchen in Na-dodecylsulfatlösung (0.004 mol/L).
 - "Cationic Surfactant"-Elektrode: Ca. 30 min eintauchen in TEGO®trant-Lösung (0.004 mol/L).
 - "NIO Surfactant"-Elektrode: Ca. 30 min eintauchen in Na-Tetraphenylboratlösung (0.01 mol/L). (NIO = nichtionisch)

Wenn diese Massnahmen nicht mehr helfen, muss die Elektrode ersetzt werden.

Besonderheiten für die Behandlung der NIO Surfactant-Elektroden

- Zum Konditionieren der Elektrode zwei bis drei Probetitrationen durchführen, ohne die Titrationsdaten zu verwenden.

Wenn Sie häufig NIO-Titrations durchführen, kann die Elektrode in einer 1%igen wässrigen Lösung von Polyethylenglykol 1000 aufbewahrt werden. Die Elektrode muss dann nicht neu konditioniert werden.
- Die Elektrode soll entweder für NIO-Titrations oder für die Titration von pharmazeutischen Wirkstoffen eingesetzt werden (nicht für beide Anwendungen).

1.3 Sensoren für Zweiphasentitrationen

Mit diesen Elektroden wird analog zur klassischen Zweiphasentitration nach Epton gearbeitet. Dadurch werden vergleichbare Analysenresultate erzielt. Alternativ zum Chloroform können auch andere, mit Wasser nicht mischbare Lösungsmittel wie z. B. Methylisobutylketon, Hexan oder Cyclohexan verwendet werden. Die Elektroden eignen sich zur Titration von ionischen Tensiden. Sie werden unter folgenden Bedingungen eingesetzt:

- Hohe Anteile an nichtionischen Tensiden und/oder Betainen liegen vor.
- Störende Fett- oder Ölanteile sind in der Probe enthalten (Kühlschmierstoffe, Bohröle, ölhaltige Kosmetika wie Duschbäder, Badezusätze, hautschonende Handspülmittel, ölhaltige Möbelpflegemittel).
- Für wasserunlösliche Tenside.
- Für Tenside mit kürzeren Ketten (z. B. C8) oder für Ethersulfate mit höheren Anteilen an Ethoxygruppen.
- Für Proben, die starke Oxidationsmittel enthalten, wie Aktivchlor oder Wasserstoffperoxid und andere Peroxide.
- Für Waschpulver.

1.3.1 Surfactrode Resistant-Elektroden

Diese Elektrode wird hauptsächlich für die Analyse von Rohstoffen, Bohrölen, Schneidölen, Kühlschmierstoffen und sonstigen ölhaltigen Proben eingesetzt, auch wenn Chloroform als Lösungsmittel verwendet wird. Siehe Application Bulletins Nr. 269 und Nr. 275.

Behandlung der Elektroden



VORSICHT

Behandeln Sie die Elektroden nie im Ultraschallbad, da dies zu Schäden führen kann.



VORSICHT

Die Elektrode ist unbeständig gegen Laugen, arbeiten Sie deshalb nicht über $\text{pH} = 10$. Die Elektrode erträgt auch keine hohen Salzkonzentrationen.



VORSICHT

Lassen Sie die Elektrode nie auf eine harte Unterlage fallen, sie ist schlagempfindlich.

- Die Elektrode trocken aufbewahren.
- Die Elektrode ist gegen alle in der Tensidanalytik üblichen Lösungsmittel beständig. Zu ihrer Reinigung können deshalb auch alle diese Lösungsmittel verwendet werden.
- Mit der Elektrode können unter Normalbedingungen einige tausend Titrations durchgeföhrt werden. Ein Nachlassen ihrer Empfindlichkeit zeigt sich in flacher werdenden Titrationskurven, einem verkürzten Potentialbereich und unruhigem Kurvenverlauf. Sie kann jederzeit regeneriert werden, indem man das Sensormaterial aufräut (z. B. mit Sandpapier). In einigen Fällen hilft auch das Aufbewahren während einer Stunde im Trockenschrank bei $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ oder das Eintauchen in 1%ige wässrige Lösung von Polyethylenglykol 1000.

1.3.2 Surfactrode Refill-Elektroden

Diese Elektrode wird hauptsächlich für die Titration von Waschpulvern, Seifen etc. eingesetzt. Sie kann nicht zusammen mit Chloroform verwendet werden, da dieses das Sensormaterial zu schnell herauslöst. Siehe Application Bulletins Nr. 269 und Nr. 275.

Prinzip

Die Elektrode hat konzeptbedingt eine praktisch unbeschränkte Lebensdauer. Das Sensormaterial wird während der Titration schichtweise abgetragen. Dadurch bildet sich im Verlauf der verschiedenen Titrations stets eine neue Sensoroberfläche aus, was schnelles Ansprechverhalten sowie eine hohe Toleranz gegenüber Bestandteilen der Messlösung, die eventuell die Sensoroberfläche belegen könnten, mit sich bringt. Das Sensormaterial der "Surfactrode Refill" ist plastisch verformbar und kann daher sehr einfach und beliebig häufig nachgefüllt bzw. ersetzt werden.

An der Unterseite des Schaftes (1) befindet sich eine kleine Bohrung, in die jeweils das Sensormaterial mittels eines einfachen Werkzeugs eingepresst wird. Die Elektrode ist nach dem Füllen sofort einsatzbereit, eine Kontrolltitration ist jedoch empfehlenswert. Eine Füllung reicht mindestens für einen Tag Dauereinsatz. Wenn die Elektrode z. B. über eine Woche (evtl. in Betrieb mit einem Probenwechsler) eingesetzt wird, sollte sie täglich nachgefüllt werden.

Behandlung der Elektroden



VORSICHT

Behandeln Sie die Elektroden nie im Ultraschallbad, da dies zu Schäden führen kann.

- Die Elektrode trocken aufbewahren.
- Die Elektrode ist sofort einsatzbereit und bedarf normalerweise keiner Konditionierung. In Spezialfällen ist eine Vortitration angezeigt.
- Die Elektrode ist gegen alle in der Tensidanalytik üblichen Lösungsmittel beständig. Sie ist nicht beständig gegen Chloroform.

Füllen der Surfactrode Refill mit Sensormaterial

Das Sensormaterial und ein Werkzeug sind im Lieferumfang enthalten. Zum Neufüllen oder Nachfüllen der Surfactrode Refill gehen Sie wie folgt vor:

- Das Verbindungskabel abschrauben und die Schutzkappe festschrauben.
- Den Elektrodenkopf senkrecht, mit der Unterseite (1) nach oben, auf einer harten Unterlagen aufsetzen.
- Das Sensormaterial mit einem Spatel in die dafür vorgesehene Bohrung einfüllen und mit dem mitgelieferten Werkzeug festpressen. (Noch vorhandene Reste von Sensormaterial in der Bohrung müssen vor dem Nachfüllen nicht entfernt werden.)
Wichtig beim Pressen ist, dass hierzu der Elektrodenkopf fest auf der Unterlage aufliegt und das Presswerkzeug bis zum Anschlag der eingebauten Feder durchgedrückt wird.
- Falls der Füllstand nach dem Pressen nicht ausreicht, Füll- und Pressvorgang wiederholen.

Bei einer ordnungsgemäss gefüllten Elektrode liegt der Füllstand des gepressten Sensormaterials etwas tiefer als der Elektrodenschaft und die Oberfläche des Sensormaterials erscheint gleichmässig glatt. Sensormaterial, das der Unterseite des Schaftes anhaftet, kann mit einem weichen Papiertuch einfach weggewischt werden. Das Sensormaterial ist über mehrere Jahre lagerstabil.

1.4 Literatur

- R. Schulz, Titration von Tensiden und Pharmaka - Moderne Methoden für den Praktiker, Verlag für chemische Industrie, H. Ziolkowsky GmbH, Augsburg 1996, ISBN 3-87846-182-8
- K. Kosswig, H. Stache, Die Tenside, Carl Hanser Verlag, München/Wien 1993, ISBN 3-446-16201-1
- T.M. Schmidt, Analysis of Surfactants, Surfactant Science Series Vol. 40, Marcel Dekker Inc., New York 1992, ISBN 0-8247-8580-0
- D.C. Cullum, Introduction to Surfactant Analysis, Blackie Academic & Professional, London 1994, ISBN 0-7514-0025-4