Application Note AN-T-203

Säuregehalt in flüchtigen Lösungsmitteln und chemischen Zwischenprodukten

Objektive und zuverlässige Bestimmung nach ASTM D1613

Das Vorhandensein von sauren Bestandteilen in flüchtigen Lösungsmitteln ist auf eine Verunreinigung der Lösungsmittel oder auf ihre Zersetzung während der Lagerung, Auslieferung oder Herstellung zurückzuführen. Ein erhöhter Säuregehalt in Lösungsmitteln kann zu einer Reihe von Problemen führen, wie z. B. einer geringeren Lagerstabilität oder chemischer Korrosion, die kostspielige Unternehmensanlagen beschädigen und zu Betriebsstillständen führen kann.

Mit der Optrode für die Indikation wird der Säuregehalt gemäß **ASTM D1613** durch photometrische Titration mit Natriumhydroxid als Titriermittel und Phenolphthalein als Indikator bestimmt. Die Optrode ermöglicht eine objektive Erkennung des Endpunkts, wodurch die Genauigkeit der Ergebnisse erhöht wird.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Analyse wird an 4-Methyl-2-Pentanon (MIBK), 2-Ethoxyethylacetat und 2-Ethoxyethanol demonstriert.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Analyse wird vollautomatisch auf einem OMNIS-System durchgeführt, das aus einem OMNIS-Probenroboter, einem OMNIS Advanced Titrator und einem OMNIS-Dosiermodul besteht. Die Optrode wird zur Indikation des Endpunkts verwendet.

Bei wasserlöslichen Proben (z. B. 2-Ethoxyethanol) wird eine entsprechende Menge der Probe in den Probenbecher pipettiert. Unter Rühren wird deionisiertes Wasser und Phenolphthalein-Indikatorlösung in den Probenbecher zudosiert. Die Lösung wird dann mit standardisiertem Natriumhydroxid titriert, bis der Endpunkt erreicht ist. Nach jeder Titration wird die titrierte Lösung abgesaugt, und die Bürettenspitzen sowie der Sensor werden im Probenbecher mit entionisiertem Wasser gespült.

Für Proben, die nicht vollständig mit Wasser mischbar sind (z. B. MIBK oder 2-Ethoxyethylacetat), wird das gleiche Verfahren wie für wasserlösliche Proben angewandt, mit der Ausnahme, dass anstelle von entionisiertem Wasser kohlendioxidfreies Ethanol verwendet wird.

Abbildung 1. OMNIS System bestehend aus einem OMNIS Probenroboter, einem OMNIS Advanced Titrator und einem OMNIS Dosiermodul.

ERGEBNISSE

Am Endpunkt entstehen Farbveränderungen, die mit der Optrode objektiv erfasst und von der OMNIS Software zuverlässig ausgewertet werden.

Tabelle 1. Überblick über die Ergebnisse für 4-Methyl-2-pentanon (MIBK), 2-Ethoxyethylacetat und 2-Ethoxyethanol (n = 6).

Substanz	Mittelwert / %	SD(abs) / %	SD(rel) / %
4-Methyl-2-pentanon	0.0151	$6.0 \cdot 10^{-5}$	0.4
2-Ethoxyethylacetat	0.012	$8.0 \cdot 10^{-5}$	0.7
2-Ethoxyethanol	0.0003	$1.6 \cdot 10^{-5}$	5.2

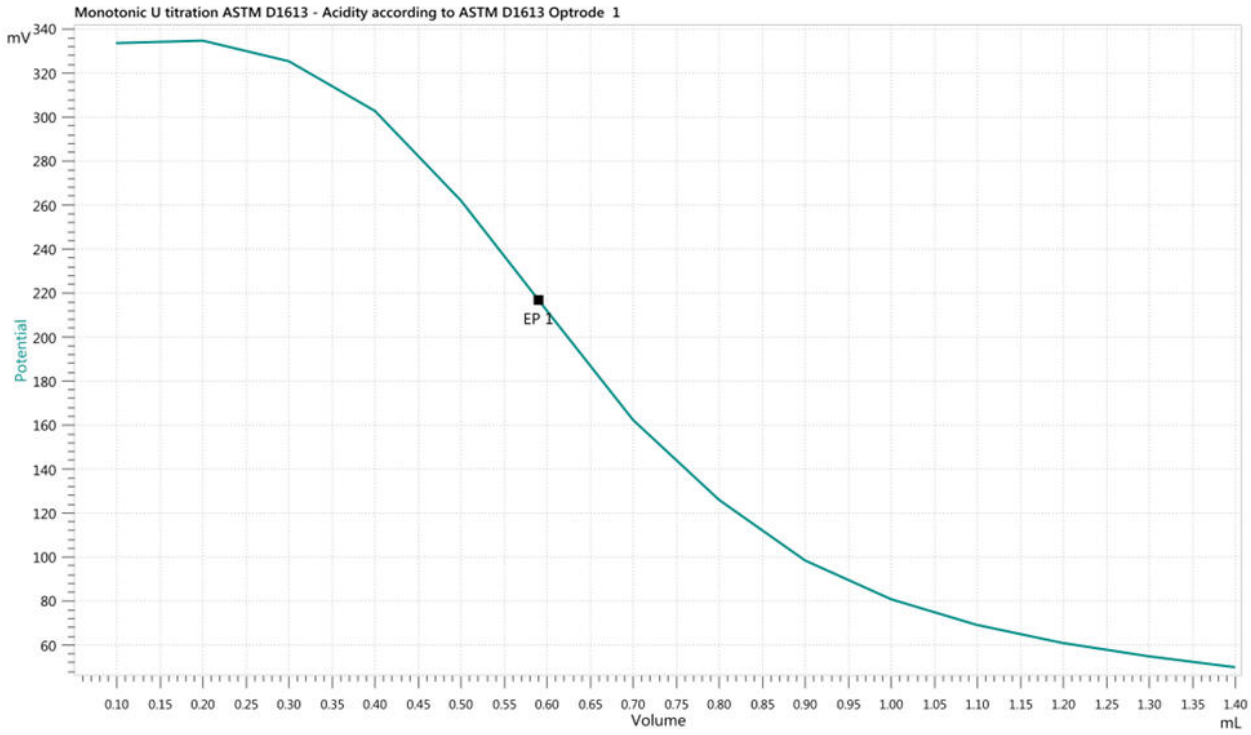


Abbildung 2. Titrationskurve zur Bestimmung des Säuregehalts in flüchtigen Lösungsmitteln gemäß ASTM D1613.

FAZIT

Diese Methode bietet die Möglichkeit, sehr niedrige Säuregehalte gemäß ASTM D1613 zu bestimmen. Die Standardabweichung ist selbst bei sehr niedrigen Säuregehalten aufgrund der objektiven und reproduzierbaren Erfassung der Farbänderung durch die Optrode akzeptabel. Durch die Möglichkeit, einfach zwischen 8 verschiedenen Wellenlängen zu wechseln, kann die Optrode auch für andere Anwendungen eingesetzt werden. Das vollautomatische OMNIS-System ermöglicht es, den Durchsatz der Analysen zu erhöhen und die bestmöglichen Ergebnisse zu erzielen.

Interne Referenz: AW TI CH1-1254-112018

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien
office@metrohm.at

KONFIGURATION

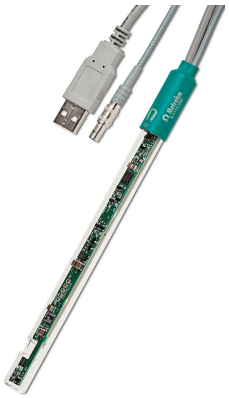
OMNIS Advanced Titrator mit Magnetrührer

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. Bei Bedarf kann der OMNIS Advanced Titrator über eine entsprechende Software-Funktionslizenz für parallele Titration aufgerüstet werden.

- 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“



Optrode

Optischer Sensor für photometrische Titrationen 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 Titrationen 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).