



Application Note AN-T-042

Zitronensäure und Oxalsäure in Mischungen

Zuverlässige potentiometrische Titration unter Verwendung eines Korrekturfaktors

Zitronensäure und Oxalsäure sind in vielen Produkten enthalten, etwa in Lebensmitteln oder chemischen Lösungsmitteln (z. B. Dekontaminationslösungen). Beide Säuren sind Reduktionsmittel, und Zitronensäure ist außerdem ein starkes Antioxidans. Beide Säuren können einzeln durch Titration bestimmt werden. Zur Bestimmung ihrer Konzentrationen in Gemischen ist eine Gehaltsberechnung aufgrund ihrer gegenseitigen Beeinflussung (Puffereffekt) jedoch nur mit

Korrekturfaktoren für jede Säure möglich.

Eine schnelle und genaue Bestimmung dieser Säuren in verschiedenen Gemischen kann durch potentiometrische Titration mit der dEcotrode plus und Natriumhydroxid als Titriermittel realisiert werden. In diesem Application Note erfahren Sie mehr über diese schnelle und einfache Analyse mit zuverlässigen, automatisierten Titrationsgeräten von Metrohm.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Analyse wird an einer Mischung aus Zitronensäure und Oxalsäure ($\beta(\text{Zitronensäure}) = 20 \text{ g/L}$ und

$\beta(\text{Oxalsäure}) = 20 \text{ g/L}$) demonstriert. Es ist keine Probenvorbereitung erforderlich.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Analysen werden vollautomatisch auf einem OMNIS Sample Robot S in Kombination mit einem OMNIS Advanced Titrator und der dEcotrode plus für die Endpunktserkennung durchgeführt.

Die Probenlösung wird in einen Probenbecher überführt und mit deionisiertem Wasser versetzt. Die Lösung wird mit standardisiertem Natriumhydroxid bis nach dem zweiten Äquivalenzpunkt titriert. Nach jeder Titration wird die Lösung abgesaugt und die Elektrode anschließend mit deionisiertem Wasser gespült.



Abbildung 1. OMNIS System bestehend aus einem OMNIS Sample Robot S und einem OMNIS Advanced Titrator.

ERGEBNISSE

Für alle Analysen erhält man reproduzierbare Titrationskurven (siehe **Abbildung 2**). Der erste Äquivalenzpunkt entspricht der Oxalsäure und der zweite der Zitronensäure. Allerdings beeinflussen sich die beiden erhaltenen Äquivalenzpunkte aufgrund der nahe beieinander liegenden pKa-Werte der Säuren (Oxalsäure = 1,25 und 4,14, Zitronensäure =

3,13, 4,76 und 6,39) gegenseitig. Daher ist ein Korrekturfaktor für die Titration erforderlich. Die für diese Probe verwendeten Korrekturfaktoren sind 0,904 für Zitronensäure und 1,11 für Oxalsäure. Die automatisierte Analyse führt zu reproduzierbaren Ergebnissen mit einer RSD < 1,5 %, wie in **Tabelle 1** dargestellt.

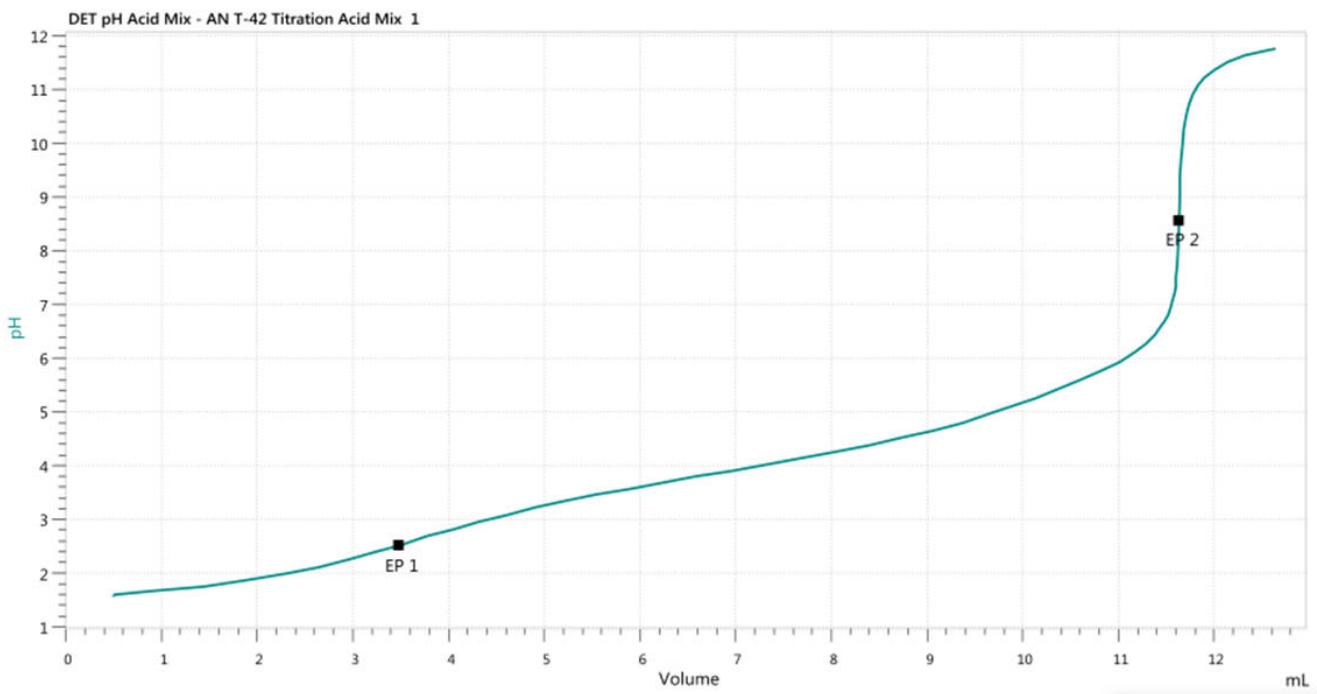


Abbildung 2. Titrationskurve der Bestimmung einer Mischung aus Zitronen- und Oxalsäure. Der erste Äquivalenzpunkt entspricht der Oxalsäure, der zweite der Zitronensäure.

Tabelle 1. Ergebnisse der Bestimmung der Mischung von β (Zitronensäure) = 20 g/L und β (Oxalsäure) = 20 g/L ($n = 5$).

Säure	Mittelwert / (g/L)	SD(abs) / (g/L)	SD(rel) / %
Zitronensäure	19.68	0.26	1.3
Oxalsäure	19.59	0.14	0.7

FAZIT

Da eine nichtlineare Korrelation zwischen den Korrekturfaktoren und dem Verhältnis von Zitronen- und Oxalsäure besteht, wird empfohlen, die Korrekturfaktoren bei dem erwarteten Verhältnis von Zitronen- und Oxalsäure mit Standardlösungen zu bestimmen.

Diese Methode bietet dennoch eine einfache und schnelle Möglichkeit, den Gehalt an Zitronensäure und Oxalsäure in Mischungen durch potentiometrische Titration zu bestimmen. Die Bestimmung der Faktoren kann mit dem OMNIS-System automatisch durchgeführt werden.

Interne Referenz: AW TI CH1-1255-122018

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

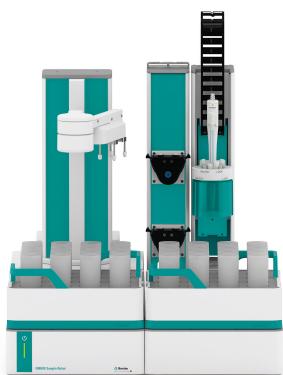
info@metrohm.de

KONFIGURATION



OMNIS Titrator Food

Der OMNIS Titrator Food bietet Ihnen das komplette Paket für die wässrige Säure/Base Titration. Im Paket enthalten ist der OMNIS Advanced Titrator mit Magnetrührer, eine 20 mL Zylindereinheit, eine d-Ecrode plus für die wässrige Säure/Base-Titration und eine Stand-alone Lizenz der OMNIS Software.



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S mit einem Pumpenmodul "Peristaltik" (2-Kanal) und einem Pick&Place-Modul sowie umfangreichem Zubehör für den direkten Einstieg in die voll automatisierte Titration. Das System bietet in zwei Probenracks Platz für 32 Probenbecher à 120 mL. Dieses modulare System wird komplett montiert geliefert und kann somit in kürzester Zeit in Betrieb genommen werden.

Auf Wunsch kann das System mit noch zwei Peristaltikpumpen sowie einem weiteren Pick&Place-Modul ausgebaut werden und somit den Durchsatz verdoppeln. Sollten weitere Arbeitsstationen benötigt werden kann bereits dieser Sample Robot bis zu einem OMNIS Sample Robot der Grösse L ausgebaut werden, so dass Proben von sieben Racks an bis zu vier Pick&Place-Modulen parallel bearbeitet werden können und den Probendurchsatz vervierfachen.