



Application Note AN-T-246

Estandarización de surfactantes catiónicos mediante titulación argentométrica

Determinación precisa del ensayo de TEGO®trant con nitrato de plata, incluido el modelo de cuantificación de infrarrojo cercano (NIR).

En esta Nota de Aplicación se estandariza un surfactante catiónico de uso frecuente (TEGOtrant, también conocido como cloruro de 1,3-didecil-2-metilimidazolio). El cloruro estequiométrico se titula argentométricamente con nitrato de plata estandarizado, lo que permite una determinación

extremadamente precisa del ensayo. Por lo tanto, el resultado determinado equivale al contenido total de surfactante, lo que permite un cálculo preciso de la concentración de surfactante catiónico.

Además, se desarrolló un modelo de cuantificación que utiliza mediciones NIR además de la titulación.

Esto permite a los usuarios determinar rápidamente el contenido de surfactante catiónico utilizando únicamente espectroscopía NIR.

INTRODUCCIÓN

No existen métodos estándar primarios ni secundarios para la titulación o determinación del contenido de sustancia activa de tensioactivos aniónicos y catiónicos. Un valorante catiónico se estandariza utilizando un valorante aniónico, y viceversa. En resumen, el resultado de esta titulación es un parámetro sumatorio, generalmente especificado como «contenido total de tensioactivo». Este valor se

utiliza posteriormente para determinar el contenido en la muestra real.

La principal debilidad de este tipo de estandarización es el considerable margen de error que se debe aceptar. Dado que se desconoce la concentración exacta del valorante, las conclusiones sobre la muestra analizada solo pueden extraerse con precisión limitada.

Esta aplicación se demuestra en 25 lotes diferentes de TEGOtrans A100 (cloruro de 1,3-didecil-2-

metilimidazolio). La muestra se muele hasta obtener un polvo fino antes del análisis.

EXPERIMENTO

La determinación se lleva a cabo utilizando un OMNIS Sample Robot S – WSM, un titulador profesional OMNIS equipado con módulos de dosificación OMNIS, así como un titulador dAg junto con un analizador de sólidos OMNIS NIR (**Figura 1**).



Figure 1. OMNIS Sample Robot S – WSM with OMNIS Professional Titrator and OMNIS Dosing Modules equipped with a dAg Titrode as well as an OMNIS NIR Analyzer Solid.

Titulación

Se pesa una cantidad adecuada de muestra en el vaso de titulación, al que se anade agua desionizada y una solución de ácido nítrico. Se realiza la titulación hasta

después del primer punto de equivalencia con nitrato de plata estandarizado.

Espectroscopía NIR

Se añade una cantidad suficiente de muestra al accesorio NIR de copa pequeña. Este se coloca en el soporte correspondiente, ya montado en el Analizador NIR OMNIS Solid.

Se realizaron automáticamente cinco determinaciones por triplicado para cada medición del infrarrojo cercano.

RESULTADOS

Este método ofrece resultados muy precisos, como se muestra en la **Tabla 1**. La medición comparativa de la muestra de control, resumida en la **Tabla 2**, muestra que los valores de la titulación y la medición NIR

difieren solo en un 0,5 %. En las **Figuras 2 y 3** se presentan ejemplos de mediciones de titulación y NIR de TEGOtrans, respectivamente.

Tabla 1. Resultados seleccionados de la determinación potenciométrica de TEGOtrans.

Muestra (n = 3), número de lote	Valor medio del ensayo en %	SD(rel) en %
20780065	96.16	0.3
11020053	94.11	0.1
11070002	95.65	0.3
00470397	95.19	0.1
00530513	93.71	0.3

Tabla 2. Resumen de resultados para la determinación del ensayo de la «muestra de control» de TEGOtrans mediante titulación y NIR.

Muestra de control, número de lote	Valor medio del ensayo en %	SD(rel) en %
20650022 por titulación (n = 6)	97.61	0.2
20650022 por NIR (n = 15)	98.13	0.3
Diferencia	0.52%	—

RESULTADOS

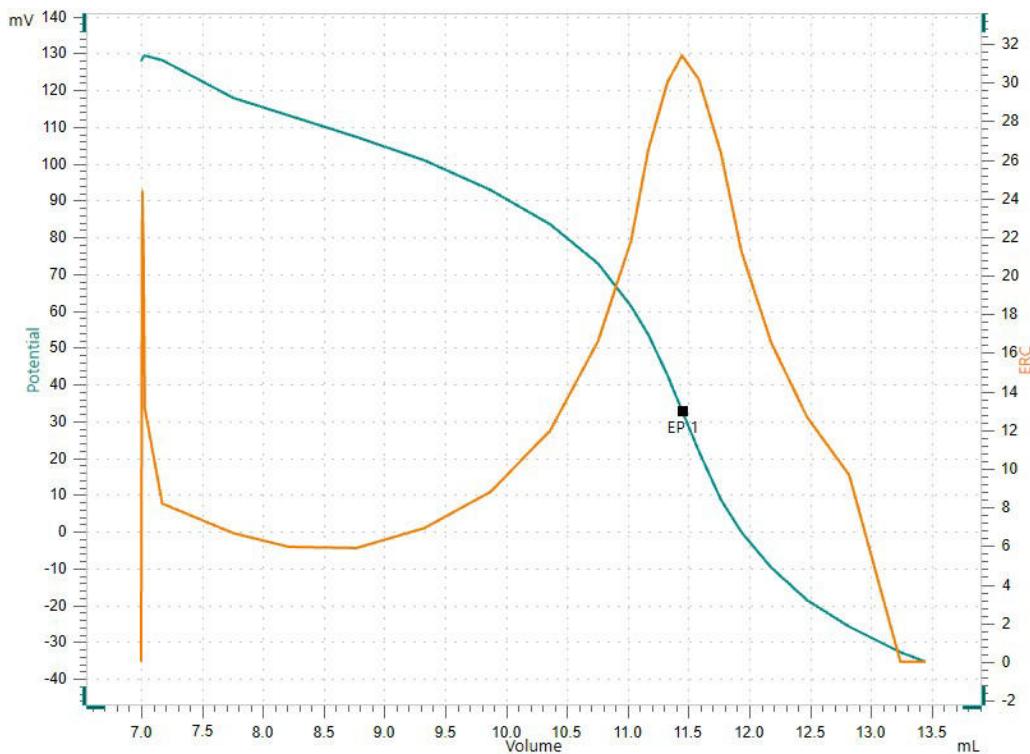


Figura 2. Curva de titulación de TEGOtrans con nitrato de plata y el dAg Titrode.

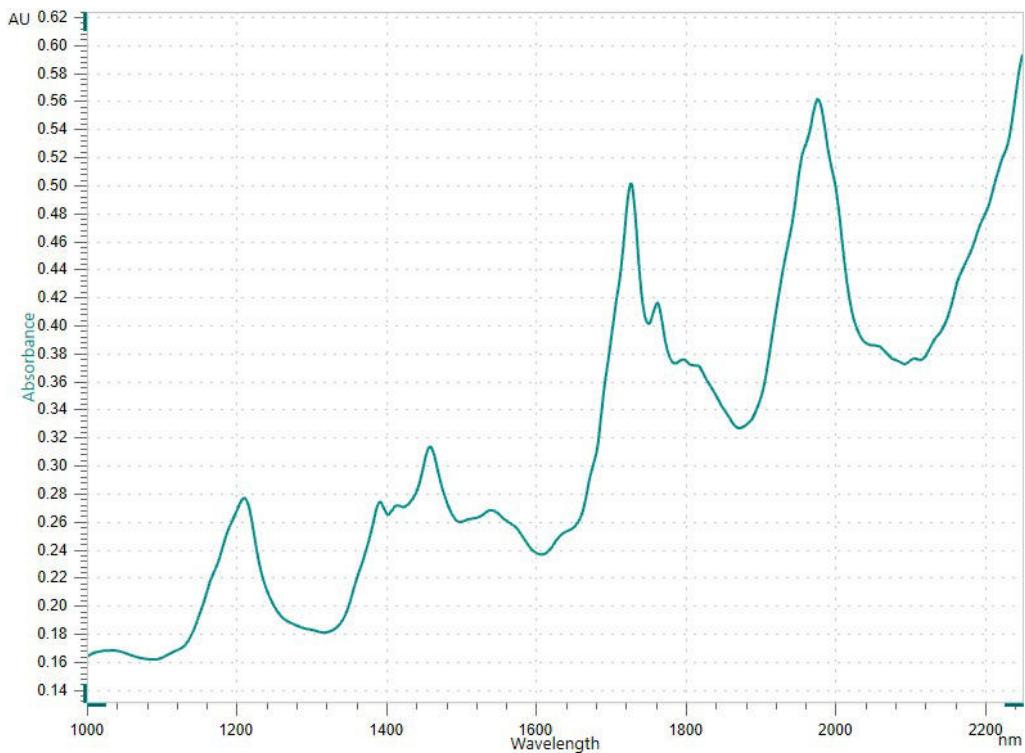


Figura 3. Espectro NIR de TEGOtrans entre las longitudes de onda de 1000 nm y 2250 nm.

La titulación potenciométrica es un método preciso y preciso que permite estandarizar el surfactante catiónico TEGOtrant.

El sistema OMNIS utilizado en este estudio está totalmente automatizado y permite una estandarización rápida y fiable de la titulación de surfactantes catiónicos. La determinación argentométrica con el Ag Titrode digital es muy

precisa. Además, el anillo de plata recubierto de Ag₂S aumenta la sensibilidad, ofreciendo resultados aún mejores.

Al utilizarse con el analizador sólido OMNIS NIR correspondiente, el software OMNIS permite crear fácilmente un modelo de cuantificación en una única plataforma, ofreciendo a los usuarios un valor añadido real para la estandarización de TEGOtrant.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



OMNIS Professional Titrator sin agitador

OMNIS Titrator, innovador, modular y potenciométrico para la titulación a punto final y la titulación a punto de equivalencia (monótona/dinámica). Gracias a Liquid Adapter con tecnología 3S, este titulador resulta más seguro que nunca para el manejo de productos químicos. El titulador se puede configurar libremente con módulos de medida y unidades de cilindro y, si es necesario, se le puede anadir un agitador. Incluye la licencia funcional "Professional" para la titulación en paralelo con módulos de titulación o dosificación adicionales.

- Control a través de ordenador o red local
- Posibilidad de conexión de hasta 4 módulos de titulación o dosificación más para otras aplicaciones o soluciones auxiliares
- Ampliable con agitador magnético y/o agitador de varilla
- Diferentes tamaños de cilindro disponibles: 5, 10, 20 o 50 mL
- OMNIS Liquid Adapter con tecnología 3S: manejo seguro de productos químicos, transferencia automática de los datos originales del reactivo del fabricante

Modos de medida y opciones de software:

- Titulación a punto final: licencia funcional "Basic"
- Titulación a punto final y titulación a punto de equivalencia (monótona/dinámica): licencia funcional "Advanced"
- Titulación a punto final y titulación a punto de equivalencia (monótona/dinámica) con titulación quíntuple en paralelo: licencia funcional "Professional"



OMNIS Dosing Module sin agitador

Módulo de dosificación para la conexión de un titulador OMNIS para incluir una bureta adicional de titulación/dosificación. Se puede ampliar con un agitador magnético o de varilla para su uso como stand de titulación independiente. Libre selección de la unidad de cilindro con 5, 10, 20 o 50 mL.



OMNIS Dosing Module sin agitador

Módulo de dosificación para la conexión de un titulador OMNIS para incluir una bureta adicional de titulación/dosificación. Se puede ampliar con un agitador magnético o de varilla para su uso como stand de titulación independiente. Libre selección de la unidad de cilindro con 5, 10, 20 o 50 mL.



OMNIS Dosing Module sin agitador

Módulo de dosificación para la conexión de un titulador OMNIS para incluir una bureta adicional de titulación/dosificación. Se puede ampliar con un agitador magnético o de varilla para su uso como stand de titulación independiente. Libre selección de la unidad de cilindro con 5, 10, 20 o 50 mL.



OMNIS Sample Robot S – WSM (1T/2P)

OMNIS Sample Robot S – WSM equipado con un OMNIS Workstation Module con 2 bombas para limpiar y aspirar los sensores y recipientes de muestras, 1 puesto de trabajo y agitador de varilla, así como una extensa gama de accesorios para acceder directamente a la titulación completamente automática. Este sistema ofrece en 2 gradillas de muestras espacio para 32 vasos de muestra de 120 mL cada uno. Este sistema modular se suministra totalmente montado y, por ello, puede ser puesto en funcionamiento en muy poco tiempo. Si se desea, el sistema puede ampliarse con 2 bombas peristálticas más y otro puesto de trabajo, para así duplicar el rendimiento. Si fueran necesarios más puestos de trabajo, el Sample Robot S puede ampliarse con un OMNIS Sample Robot del tamaño L, de modo que se puedan procesar paralelamente muestras de 7 gradillas en hasta 4 puestos de trabajo para cuadriplicar así la capacidad en cuanto al número de muestras.



dAg Titrode con recubrimiento de Ag₂S

Electrodo de anillo de plata combinado digital para OMNIS con una membrana de vidrio de pH como electrodo de referencia. El anillo de plata está recubierto de sulfuro de plata (Ag₂S) para aumentar la sensibilidad y mejorar el límite de detección.

Este electrodo no precisa mantenimiento y es apto para titulaciones por precipitación con un valor de pH constante (reactivo de titulación: nitrato de plata), por ejemplo, a partir de:

- Cloruro, bromuro, yoduro
- Sulfuros
- Ácido sulfhídrico
- Mercaptano
- Cianuro

Este electrodo se almacena en agua destilada.

Los dTrodes se pueden utilizar en OMNIS Titrator.



OMNIS NIR Analyzer Solid

Espectrómetro del infrarrojo cercano para muestras sólidas y viscosas.

El OMNIS NIR Analyzer es la solución de espectroscopía del infrarrojo cercano (NIRS) desarrollada y producida conforme a los estándares de calidad suizos para los análisis de rutina a lo largo de toda la cadena de producción. El empleo de las tecnologías más avanzadas y la integración en el moderno OMNIS Software se reflejan en la velocidad, la manejabilidad y el uso flexible de estos espectrómetros NIR.

Información general sobre las ventajas del OMNIS NIR Analyzer Solid:

- Medidas de materias sólidas y muestras viscosas en menos de 10 segundos
- Medidas automatizadas en múltiples posiciones para obtener resultados reproducibles, incluso en muestras poco homogéneas
- Fácil integración en un sistema de automatización o vinculación con otras tecnologías de análisis (titulación)
- Compatible con numerosos recipientes de muestras