



Application Note AN-T-246

Standardization of cationic surfactants by argentometric titration

Accurate assay determination of TEGO®trant with silver nitrate including near-infrared (NIR) quantification model

A well-known frequently used cationic surfactant (TEGOtrant, also known as 1,3-didecyl-2-methylimidazolium chloride) is standardized in this Application Note. The stoichiometric chloride is titrated argentometrically with standardized silver nitrate, enabling an extremely precise determination of the assay. Therefore, the result determined is

equivalent to the total surfactant content, allowing the accurate calculation of the cationic surfactant concentration.

Furthermore, a quantification model was developed that uses NIR measurements in addition to titration. This enables users to quickly determine cationic surfactant content using only NIR spectroscopy.

INTRODUCTION

There are no primary or secondary standard methods for titrating or determining the active substance content of anionic and cationic surfactants. A cationic titrant is standardized using an anionic titrant, and vice versa. In short, the result of this titration is a sum parameter usually specified as «total surfactant content». This value is then used to determine the

content in the actual sample.

The major weakness of this type of standardization is the significant margin of error one must accept. Because the exact concentration of the titrant is unknown, conclusions about the analyzed sample can only be made with limited accuracy.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

This application is demonstrated on 25 different batches of TEGOtrant A100 (1,3-didecyl-2-

methylimidazolium chloride). The sample is ground into a fine powder before analysis.

EXPERIMENTAL

The determination is carried out using an OMNIS Sample Robot S – WSM, an OMNIS Professional Titrator equipped with OMNIS Dosing Modules, as well as a dAg Titrode along with an OMNIS NIR Analyzer Solid (**Figure 1**).

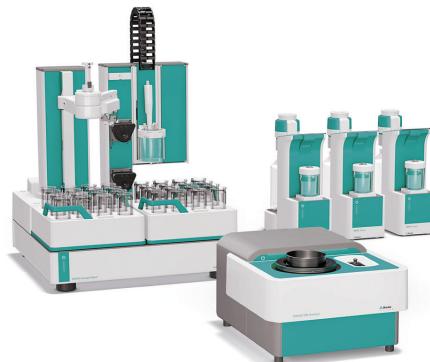


Figure 1. OMNIS Sample Robot S – WSM with OMNIS Professional Titrator and OMNIS Dosing Modules equipped with a dAg Titrode as well as an OMNIS NIR Analyzer Solid.

Titration

An appropriate amount of sample is weighed into the titration beaker, to which deionized water and a nitric acid solution are added. A titration is performed until

after the first equivalence point with standardized silver nitrate.

NIR spectroscopy

A sufficient amount of sample is added to the small cup NIR accessory. This is placed in the corresponding holder which is already mounted on the OMNIS NIR

Analyzer Solid.

Five determinations were carried out automatically in triplicate for each near-infrared measurement.

RESULTS

This method offers very accurate results, as displayed in **Table 1**. The comparative measurement of the control sample, summarized in **Table 2**, shows that the values from the titration and the NIR

measurement differ by only 0.5%. Exemplary titration and NIR measurements of TEGOtrans are given in **Figure 2** and **Figure 3**, respectively.

Table 1. Selected results of the potentiometric determination of TEGOtrans.

Sample (n = 3), batch number	Assay mean value in %	SD(rel) in %
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

Table 2. Summary of results for assay determination of the TEGOtrans «control sample» by titration and NIR.

Control sample, batch number	Assay mean value in %	SD(rel) in %
20650022 by titration (n = 6)	97.61	0.2
20650022 by NIR (n = 15)	98.13	0.3
Difference	0.52%	—

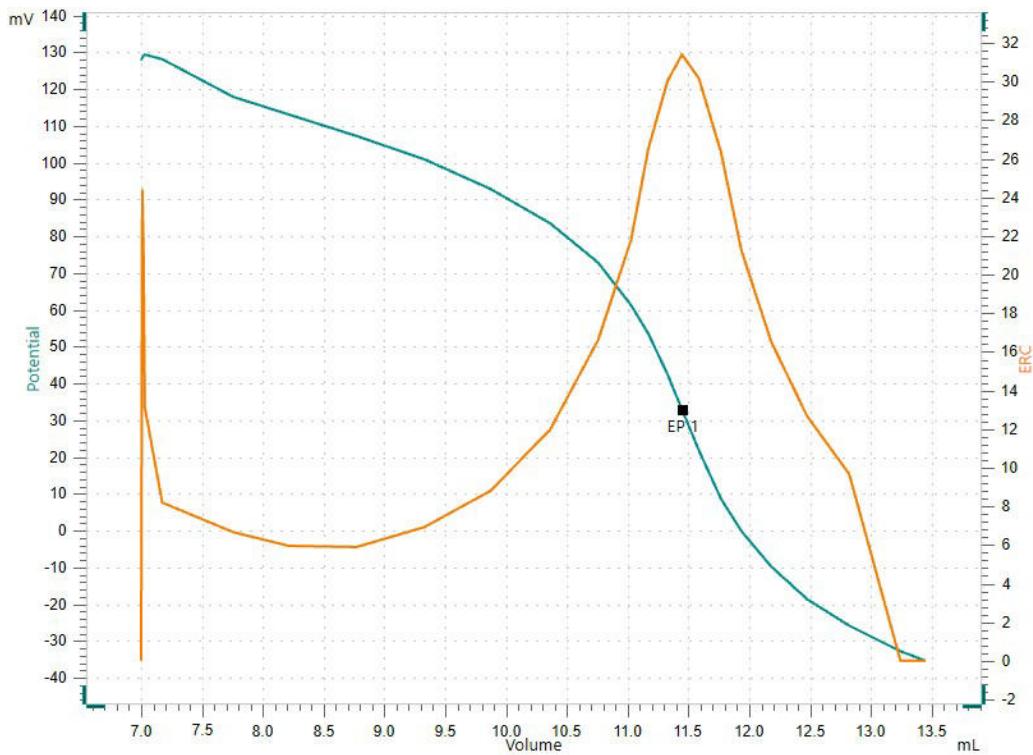


Figure 2. Titration curve of TEGOtrant with silver nitrate and the dAg Titrode.

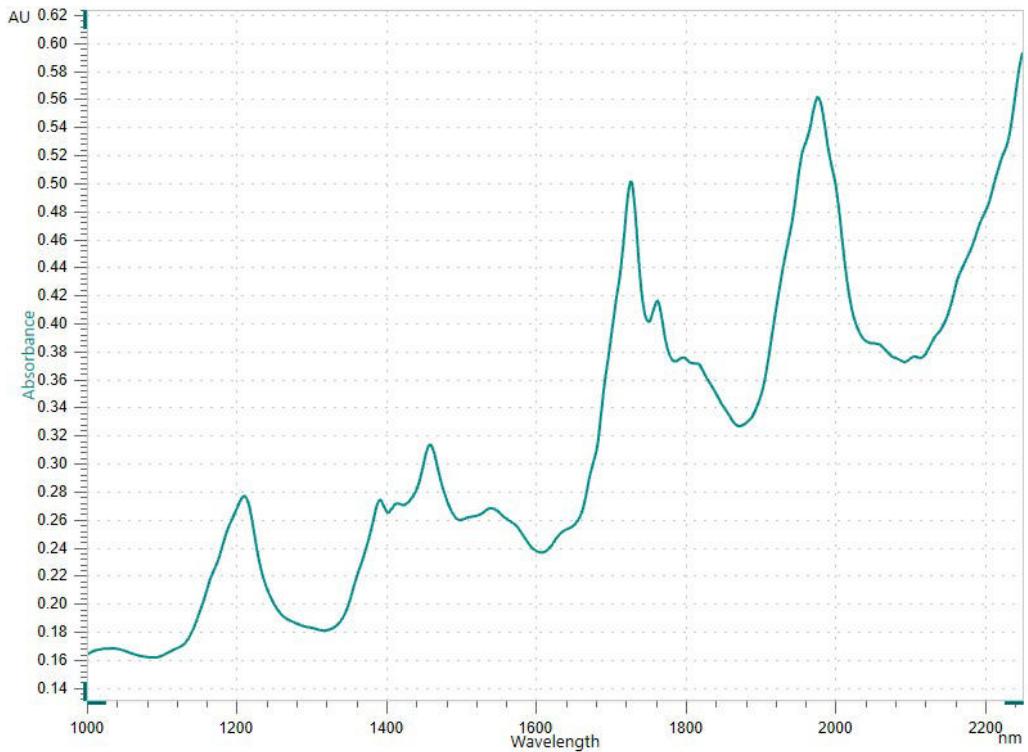


Figure 3. NIR spectrum of TEGOtrant between the wavelengths of 1000 nm and 2250 nm.

CONCLUSION

Potentiometric titration is an accurate and precise method that can be used to standardize the cationic surfactant TEGOtrant.

The OMNIS system used in this study is fully automated and enables fast and reliable cationic surfactant titration standardization. The argentometric determination with the digital Ag Titrode is highly accurate. Furthermore, the Ag₂S-

coated silver ring increases sensitivity, delivering even better results.

When used with the corresponding OMNIS NIR Analyzer Solid, OMNIS Software can easily create a quantification model on a single platform, offering users real added value for the TEGOtrant standardization.

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator sans agitateur

OMNIS Titrator, innovant, modulaire, potentiométrique pour le titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique). Grâce à la technologie 3S de l'adaptateur Liquid Adapter, la manipulation des produits chimiques est plus sûre que jamais. Avec des modules de mesure et des unités de cylindre, le titreur peut être librement configuré et il est possible au besoin d'y ajouter un agitateur. Licence fonctionnelle « Professional » incluse pour le titrage en parallèle avec d'autres modules de titrage ou de dosage.

- Commande via un PC ou un réseau local
- Possibilité de connecter jusqu'à quatre autres modules de titrage ou de dosage pour d'autres applications ou solutions auxiliaires
- Possibilité d'y ajouter un agitateur magnétique et/ou un agitateur à hélice
- Différentes tailles de cylindre disponibles : 5, 10, 20 ou 50 mL
- Liquid Adapter avec la technologie 3S : manipulation de produits chimiques plus sûre, transfert automatique des données originales des réactifs provenant des fabricants

Modes de mesure et options logicielles :

- Titration à point final : licence fonctionnelle « Basic »
- Titration à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) : licence fonctionnelle « Advanced »
- Titration à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) avec titrage en parallèle 5 fois : licence fonctionnelle « Professional »



OMNIS Dosing Module sans agitateur

Module de dosage à connecter à un OMNIS Titrator pour ajout d'une burette supplémentaire pour titrage/dosage. Peut être utilisé avec un agitateur magnétique et/ou un agitateur à hélice pour une utilisation en tant que poste de titrage séparé. Unité de cylindre au choix de 5, 10, 20 ou 50 mL.



OMNIS Dosing Module sans agitateur

Module de dosage à connecter à un OMNIS Titrator pour ajout d'une burette supplémentaire pour titrage/dosage. Peut être utilisé avec un agitateur magnétique et/ou un agitateur à hélice pour une utilisation en tant que poste de titrage séparé. Unité de cylindre au choix de 5, 10, 20 ou 50 mL.



OMNIS Dosing Module sans agitateur

Module de dosage à connecter à un OMNIS Titrator pour ajout d'une burette supplémentaire pour titrage/dosage. Peut être utilisé avec un agitateur magnétique et/ou un agitateur à hélice pour une utilisation en tant que poste de titrage séparé. Unité de cylindre au choix de 5, 10, 20 ou 50 mL.



OMNIS Sample Robot S – WSM (1T/2P)

OMNIS Sample Robot S - WSM équipé d'un module OMNIS Workstation avec 2 pompes pour le nettoyage et l'aspiration des capteurs et des récipients d'échantillons, d'une station de travail, d'un agitateur à hélice, ainsi que de nombreux accessoires pour l'entrée directe dans le titrage entièrement automatisé. Le système offre de la place pour 32 bêchers d'échantillons de 120 mL dans 2 racks d'échantillons. Ce système modulaire est livré entièrement monté et peut donc être mis en service en très peu de temps. Sur demande, le système peut être complété par 2 pompes péristaltiques supplémentaires et 1 poste de travail supplémentaire pour doubler le débit. Si d'autres postes de travail sont nécessaires, le Sample Robot S peut être étendu jusqu'à un OMNIS Sample Robot de taille L, de sorte que les échantillons de 7 racks peuvent être traités en parallèle sur 4 postes de travail au maximum, ce qui permet de quadrupler le débit d'échantillons.



Titrode dAg avec revêtement d'Ag₂S

Électrode annulaire en argent numérique combinée pour OMNIS, à membrane de verre pH comme électrode de référence. L'anneau en argent est revêtu de sulfure (Ag_2S) pour une sensibilité accrue et une meilleure limite de sensibilité.

Cette électrode ne nécessitant aucune maintenance convient au titrage par précipitation sous pH constant (nitrate d'argent comme titrant), par ex. de :

- Chlorure, bromure, iodure
- Sulfures
- Sulfure d'hydrogène
- Mercaptans
- Cyanures

Cette électrode se conserve dans l'eau distillée.

Les d'Trodes peuvent être utilisées sur les OMNIS Titrator.



OMNIS NIR Analyzer Solid

Spectromètre proche infrarouge pour échantillons solides et visqueux.

L'OMNIS NIR Analyzer est la solution de spectroscopie proche infrarouge (NIRS) développée et produite selon les normes de qualité suisses pour les analyses de routine tout au long de la chaîne de fabrication. L'utilisation des technologies les plus récentes et l'intégration dans le logiciel OMNIS moderne se reflètent dans la vitesse, la facilité d'utilisation et la flexibilité d'utilisation de ces spectromètres NIR.

Vue d'ensemble des avantages de l'OMNIS NIR Analyzer Solid :

- Mesures d'échantillons solides et visqueux en moins de 10 secondes
- Mesures multi-positions automatisées pour des résultats reproductibles même avec des échantillons non homogènes
- Intégration simple dans un système d'automatisation ou liaison avec d'autres technologies d'analyse (titrage)
- Prise en charge de nombreux récipients d'échantillon