



Application Note AN-T-239

Titrage non aqueux des bases faibles par l'acide perchlorique

Détermination rapide et précise de l'indice d'amine avec l'acide perchlorique par titrage non aqueux

Les amines sont des bases faibles et sont utilisées dans les processus chimiques industriels ainsi que dans les produits pharmaceutiques. La valeur de l'amine (exprimée en mg KOH/g d'échantillon) est un paramètre important et un indicateur de qualité. Les bases faibles telles que les amines peuvent être titrées dans des solvants aprotiques avec une bonne précision si un acide très fort est utilisé comme réactif de titrage. L'acide le plus fort en milieu non aqueux est l'acide perchlorique dans l'acide acétique glacial.

Le solvant utilisé joue également un rôle important

lors de l'analyse. L'acide acétique avec une teneur en eau inférieure à 1 % est un excellent solvant pour les bases faibles.

Cette note d'application présente le titrage des amines à l'acide perchlorique non aqueux. Plus précisément, la concentration de triéthanolamine (TEOA) est déterminée par titrage avec de l'acide perchlorique dans de l'acide acétique glacial en utilisant une Solvotrode easyClean et du chlorure de lithium dans de l'éthanol comme électrolyte.

ÉCHANTILLON ET PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Cette application est démontrée sur la triéthanolamine. La préparation de l'échantillon n'est pas nécessaire.

EXPERIMENTAL

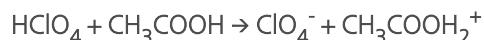
Les déterminations sont effectuées sur un titrateur Eco équipé d'une Solvotrode easyClean avec capteur

de température Pt1000 intégré. (Figure 1).

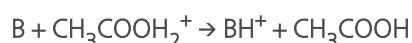


Figure 1. Titrateur Eco équipé d'une Solvotrode easyClean avec capteur de température Pt1000 intégré.

L'acide perchlorique (HClO_4) réagit avec l'acide acétique (CH_3COOH) pour former un ion acide fort, comme le montre l'équation suivante :



La base faible (B) réagit alors selon le mécanisme de réaction de neutralisation suivant :



L'ion acidium puissant garantit un saut de tension et

un point d'équivalence clairs, même lors du titrage de bases faibles.

Une quantité appropriée d'échantillon est pesée dans le bécher de titrage, puis de l'acide acétique glacial est ajouté. La solution est ensuite titrée jusqu'au premier point d'équivalence avec de l'acide perchlorique normalisé dans de l'acide acétique glacial.

RÉSULTATS

Cette méthode offre des résultats très précis, comme le montre le **tableau 1**. Une courbe de titrage exemplaire de TEOA avec HClO_4 est donnée dans la

figure 2, montrant le saut brutal de la tension au point d'équivalence.

Tableau 1. Résultats du titrage potentiométrique de la triéthanolamine (n=6).

Échantillon(n=6)	Valeur de l'amine (mg KOH/g)	Récupération(%)
Valeur moyenne	375.42	99.83
SD(abs)	2.79	0.74
SD(rel) in %	0.7	

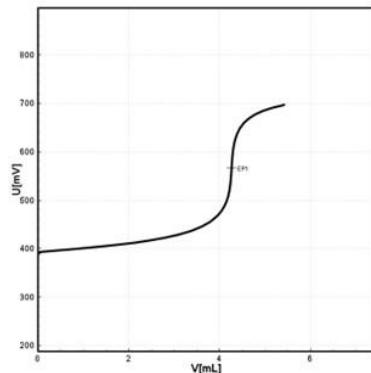


Figure 2. Courbe de titrage de l'acide perchlorique avec un point d'équivalence.

CONCLUSION

Il n'est pas toujours possible de titrer avec précision des acides ou des bases faibles dans des solvants aqueux. Les échantillons sont souvent insolubles dans l'eau, ou le potentiel du titrage est trop faible pour permettre une évaluation claire. Dans de tels cas, les titrages non aqueux sont recommandés. Le titrage de l'acide perchlorique dans l'acide acétique glacial pour les substances faiblement basiques en est un exemple..

Le titrateur Eco compact avec agitateur magnétique

intégré et interface utilisateur tactile est idéal pour le titrage non aqueux des bases faibles avec de l'acide perchlorique. Le système offre une manipulation conviviale à un prix attractif. L'Eco Titrator est compact et occupe un minimum d'espace sur la paillasse du laboratoire. Les méthodes préinstallées permettent aux utilisateurs sans expérience de laboratoire d'obtenir rapidement des résultats précis, fiables et conformes aux BPL.

CONTACT

Metrohm France
13, avenue du Québec - CS
90038
91978 VILLEBON
COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr

CONFIGURATION



Eco Titrator Acid/Base

L'Eco Titrator compact avec agitateur magnétique intégré et interface utilisateur tactile est idéal pour les analyses de routine. Il délivre toujours des résultats conformes aux BPL tout en occupant un minimum d'espace (env. DIN A4).

L'Eco Titrator Acid/Base vous offre un ensemble complet pour le titrage acide-base dans des solutions aqueuses. Celui-ci comprend un titreur, une unité de cylindre de 20 mL ainsi qu'une électrode pH combinée Ecotrode Plus.



Solvotrode easyClean (câble fixe 1,2 m)

Électrode pH combinée avec diaphragme flexible easyClean et câble fixe (1,2 m) pour tous les titrages acide-base en milieu non aqueux.

La membrane de verre est optimisée pour les solutions peu conductrices et, grâce au diaphragme easyClean facile à nettoyer, cette électrode est également adaptée à des échantillons fortement contaminés (par ex. de l'huile usagée).

Cette électrode peut être utilisée avec des électrolytes de référence non aqueux (tels que le chlorure de lithium ou le bromure de tétraéthylammonium). Conservation dans l'électrolyte de référence correspondant.

La Solvotrode easyClean est également disponible avec une longueur de câble fixe de 2,0 m sous la référence article 6.0229.020.