



Application Note AN-T-246

Standardizzazione dei tensioattivi cationici mediante titolazione argentometrica

Determinazione accurata del test di TEGO® trant con nitrato d'argento, incluso il modello di quantificazione nel vicino infrarosso (NIR)

In questa nota applicativa viene standardizzato un tensioattivo cationico di uso frequente (TEGO trant, noto anche come cloruro di 1,3-didecil-2-metilimidazolio). Il cloruro stechiometrico viene titolato argentometricamente con nitrato d'argento standardizzato, consentendo una determinazione

estremamente precisa del dosaggio. Pertanto, il risultato determinato è equivalente al contenuto totale di tensioattivo, consentendo un calcolo accurato della concentrazione di tensioattivo cationico.

Inoltre, è stato sviluppato un modello di

quantificazione che utilizza misurazioni NIR in aggiunta alla titolazione. Ciò consente agli utenti di determinare rapidamente il contenuto di tensioattivi

INTRODUZIONE

Non esistono metodi standard primari o secondari per la titolazione o la determinazione del contenuto di principio attivo di tensioattivi anionici e cationici. Un titolante cationico viene standardizzato utilizzando un titolante anionico e viceversa. In breve, il risultato di questa titolazione è un parametro di somma solitamente indicato come «contenuto totale di tensioattivo». Questo valore viene quindi utilizzato per

cationici utilizzando solo la spettroscopia NIR.

determinare il contenuto nel campione effettivo.

Il principale punto debole di questo tipo di standardizzazione è il significativo margine di errore che si deve accettare. Poiché la concentrazione esatta del titolante è sconosciuta, le conclusioni sul campione analizzato possono essere tratte solo con un'accuratezza limitata.

CAMPIONE E PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

Questa applicazione è dimostrata su 25 diversi lotti di TEGOtrant A100 (cloruro di 1,3-didecil-2-

metilimidazolio). Il campione viene macinato in una polvere fine prima dell'analisi.

ANALISI

La determinazione viene effettuata utilizzando un OMNIS Sample Robot S – WSM, un OMNIS Professional Titrator dotato di OMNIS Dosing Modules, nonché un dAg Titrode insieme a OMNIS NIR Analyzer Solid (Figura 1).



Figure 1. OMNIS Sample Robot S – WSM con OMNIS Professional Titrator e OMNIS Dosing Modules dotati di dAg Titrode e di OMNIS NIR Analyzer Solid.

Titolazione

Una quantità appropriata di campione viene pesata nel becher di titolazione, a cui vengono aggiunti acqua deionizzata e una soluzione di acido nitrico. Si

esegue una titolazione fino al primo punto di equivalenza con nitrato d'argento standardizzato.

Spettroscopia NIR

Una quantità sufficiente di campione viene aggiunta all'accessorio NIR a tazza piccola. Questo viene posizionato nel supporto corrispondente già montato su OMNIS NIR Analyzer Solid.

Per ogni misurazione nel vicino infrarosso sono state eseguite automaticamente cinque determinazioni in triplice copia.

RISULTATI

Questo metodo offre risultati molto accurati, come mostrato nella **Tabella 1**. La misurazione comparativa del campione di controllo, riassunta nella **Tabella 2**, mostra che i valori della titolazione e della

misurazione NIR differiscono solo dello 0,5%. Titolazione e misurazioni NIR esemplari di TEGOtrant sono riportate rispettivamente nella **Figura 2** e nella **Figura 3**.

Tabella 1. Risultati selezionati della determinazione potenziometrica di TEGOtrant.

Campione (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

Tabella 2. Riepilogo dei risultati per la determinazione del saggio del «campione di controllo» TEGOtrant mediante titolazione e 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%	—

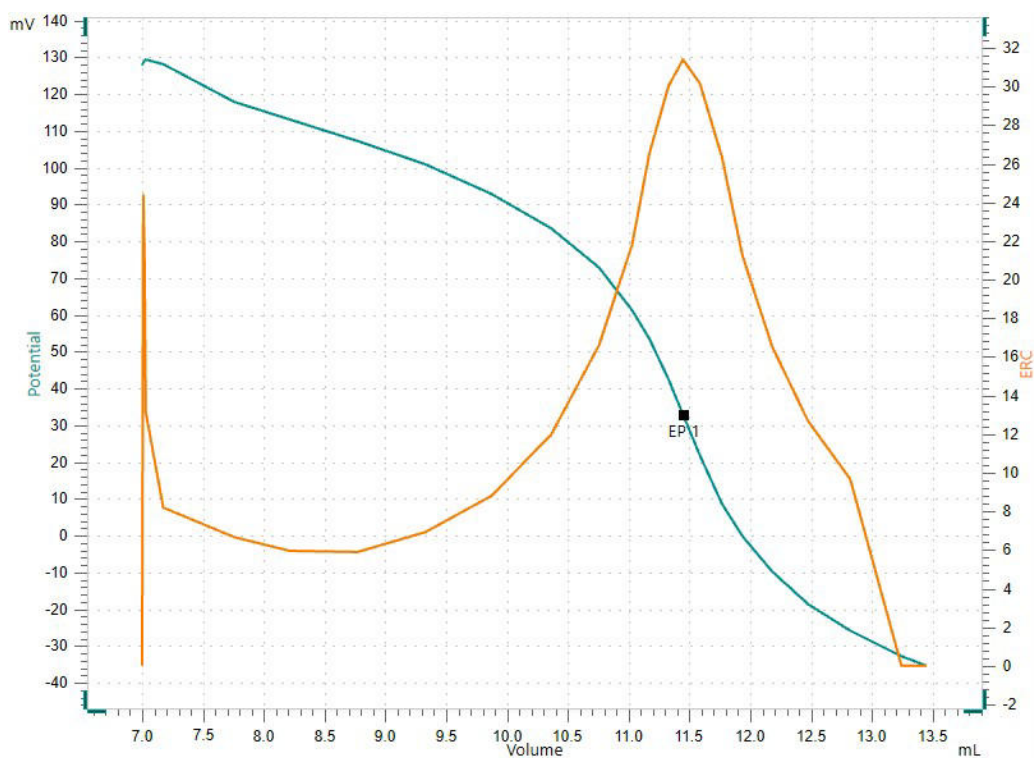


Figure 2. Curva di titolazione del TEGOtrant con nitrato d'argento e dAg Titrode.

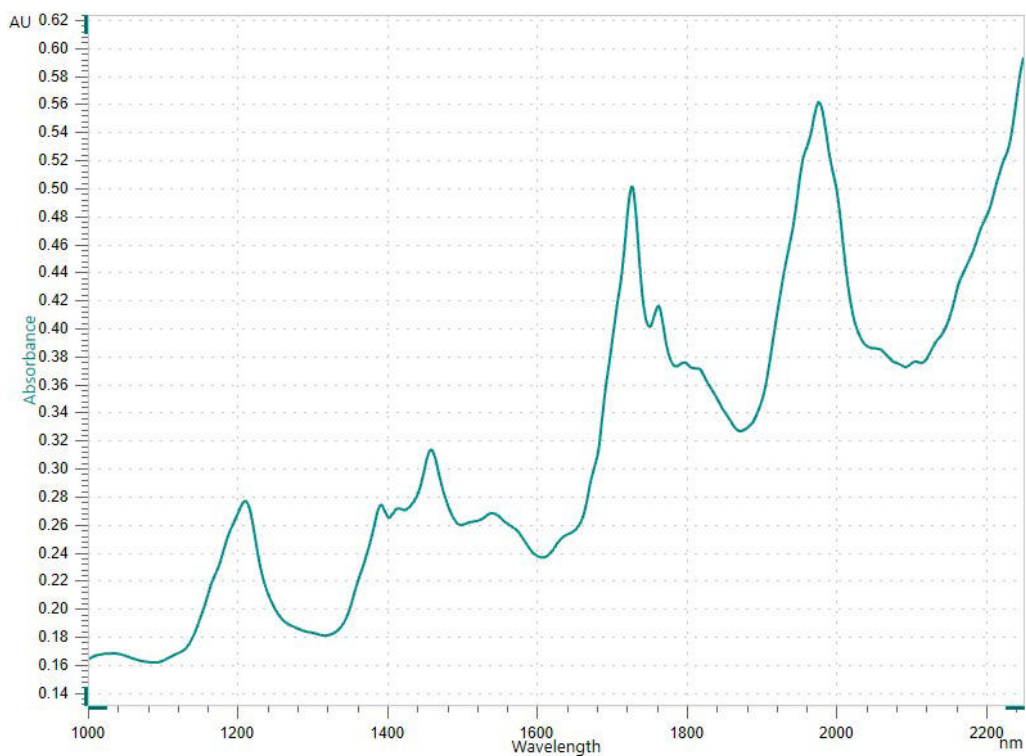


Figure 3. Spettro NIR di TEGOtrant tra le lunghezze d'onda di 1000 nm e 2250 nm.

CONCLUSIONE

Spettro NIR di TEGOtrant tra le lunghezze d'onda di 1000 nm e 2250 nm.

Il sistema OMNIS utilizzato in questo studio è completamente automatizzato e consente una standardizzazione rapida e affidabile della titolazione dei tensioattivi cationici. La determinazione argentometrica con il titolatore digitale Ag Titrode è estremamente accurata. Inoltre, l'anello d'argento

rivestito in Ag_2S aumenta la sensibilità, fornendo risultati ancora migliori.

Se utilizzato con il corrispondente OMNIS NIR Analyzer Solid, il software OMNIS può creare facilmente un modello di quantificazione su un'unica piattaforma, offrendo agli utenti un reale valore aggiunto per la standardizzazione TEGOtrant.

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



OMNIS Professional Titrator senza agitatore

Titolatore OMNIS potenziometrico, innovativo e modulare per la titolazione a punto finale e la titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica). Grazie a Liquid Adapter con tecnologia 3S, la gestione delle sostanze chimiche è più sicura che mai. Il titolatore è configurabile liberamente con moduli di misura e unità cilindro e, in caso di necessità, può essere ampliato con un agitatore. Inclusa la licenza di funzionamento "Professional" per la titolazione parallela con ulteriori moduli di titolazione e dosaggio.

- Comando tramite PC o rete locale
- Possibilità di collegare fino ad altri quattro moduli di dosaggio e titolazione per ulteriori applicazioni o soluzioni ausiliarie
- Ampliabile con agitatore magnetico e/o a elica
- Disponibili varie grandezze del cilindro: 5, 10, 20 o 50 mL
- Liquid Adapter con tecnologia 3S: gestione sicura delle sostanze chimiche, trasferimento automatico dei dati del reagente originale del produttore

Modalità di misura e opzioni del software:

- Titolazione a punto finale: licenza di funzionamento "Basic"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica): licenza di funzionamento "Advanced"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica) con titolazione parallela quintupla: licenza di funzionamento "Professional"



OMNIS Dosing Module senza agitatore

Modulo di dosaggio per il collegamento a un titolatore OMNIS per l'ampliamento di un'ulteriore buretta per titolazione/dosaggio. Ampliabile con un agitatore magnetico o a elica per l'utilizzo come stand di titolazione separato. Unità cilindriche a scelta libera da 5, 10, 20 o 50 mL.



OMNIS Dosing Module senza agitatore

Modulo di dosaggio per il collegamento a un titolatore OMNIS per l'ampliamento di un'ulteriore buretta per titolazione/dosaggio. Ampliabile con un agitatore magnetico o a elica per l'utilizzo come stand di titolazione separato. Unità cilindriche a scelta libera da 5, 10, 20 o 50 mL.



OMNIS Dosing Module senza agitatore

Modulo di dosaggio per il collegamento a un titolatore OMNIS per l'ampliamento di un'ulteriore buretta per titolazione/dosaggio. Ampliabile con un agitatore magnetico o a elica per l'utilizzo come stand di titolazione separato. Unità cilindriche a scelta libera da 5, 10, 20 o 50 mL.



OMNIS Sample Robot S – WSM (1T/2P)

OMNIS Sample Robot S – WSM dotato di 1 OMNIS Workstation Module con 2 pompe per la pulizia e l'aspirazione di sensori e contenitori portacampione, una postazione di lavoro, un agitatore ad elica, nonché tanti accessori per accedere direttamente alla titolazione completamente automatizzata. Con 2 rack dei campioni, il sistema offre spazio per 32 beaker per campioni da 120 mL. Questo sistema modulare viene fornito completamente montato e può pertanto essere messo in esercizio in tempi brevissimi. Su richiesta il sistema può essere ampliato con ulteriori 2 pompe peristaltiche e un'altra postazione di lavoro per raddoppiare la portata. Se dovessero essere necessarie ulteriori postazioni di lavoro, questo Sample Robot S può essere ampliato fino a un OMNIS Sample Robot della misura L, in modo da poter lavorare parallelamente i campioni di 7 rack su un massimo di 4 postazioni di lavoro, quadruplicando così il numero di campioni.



dAg Titrode con rivestimento in Ag₂S

Elettrodo digitale combinato ad anello d'argento per OMNIS con una membrana di vetro per pH come elettrodo di riferimento. L'anello d'argento è rivestito con solfuro (Ag₂S) a garanzia di una maggiore sensibilità e migliori limiti di prova.

Questo elettrodo, privo di manutenzione, è adatto alle titolazioni per precipitazione con valore di pH costante (titolante nitrato di argento) ad es. di

- cloruro, bromuro, ioduro
- solfuri
- idrogeno solforato
- mercaptano
- cianuro

Questo elettrodo viene conservato in acqua distillata. Gli elettrodi dTrode possono essere utilizzati con i titolatori OMNIS.



OMNIS NIR Analyzer Solid

Spettrometro nel vicino infrarosso per campioni solidi e viscosi.

OMNIS NIR Analyzer è la soluzione per spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) sviluppata e prodotta secondo gli standard di qualità svizzeri utilizzabile per l'analisi di routine lungo l'intera catena di produzione. L'uso delle più recenti tecnologie e l'integrazione nel moderno OMNIS Software si riflettono nella velocità, operatività e flessibilità d'uso di questo spettrometro NIR.

Panoramica dei vantaggi di OMNIS NIR Analyzer Solid:

- Misurazioni di materie solide e campioni viscosi in meno di 10 secondi
- Misurazioni automatiche su più posizioni per risultati riproducibili anche in caso di campioni non omogenei
- Facile integrazione in un sistema di automazione o collegamento con altre tecnologie di analisi (titolazione)
- Supporto di numerosi contenitori portacampione