



Application Note AN-T-203

# Acidity in volatile solvents and chemical intermediates

## Objective and reliable determination according to ASTM D1613

The presence of acidic components in volatile solvents is due to contamination of the solvents, or through their decomposition during storage, distribution, or manufacture. Increased acid content in solvents could lead to a variety of problems like shorter storage stability or chemical corrosion, which can damage costly

company assets and lead to shutdowns.

Using the Optrode for indication, the acidity is determined according to **ASTM D1613** by photometric titration with sodium hydroxide as titrant and phenolphthalein as indicator. The Optrode enables an objective recognition of the end point enhancing the accuracy of the results.

## SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

The analysis is demonstrated on 4-methyl-2-pentanone (MIBK), 2-ethoxyethyl acetate, and 2-

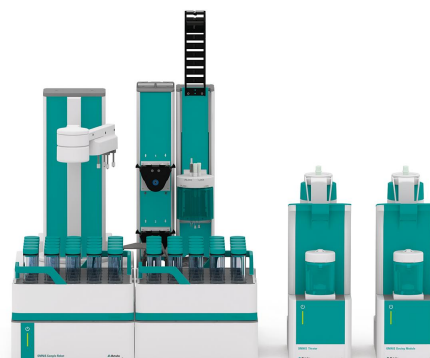
ethoxyethanol.

## EXPERIMENTAL

The analysis is carried out fully automatically on an OMNIS system consisting of an OMNIS Sample Robot, an OMNIS Advanced Titrator, and an OMNIS Dosing Module. The Optrode is used for indication of the end point.

For water-soluble samples (e.g., 2-ethoxyethanol), an appropriate amount of sample is pipetted into the sample beaker. While stirring, deionized water is dosed and phenolphthalein indicator solution is pipetted into the sample beaker. The solution is then titrated with standardized sodium hydroxide until after the end point is reached. After each titration, the titrated solution is aspirated and the buret tips as well as the sensor are rinsed with deionized water in the sample beaker.

For samples that are not completely miscible in water (e.g., MIBK or 2-ethoxyethyl acetate), the same procedure is used as for water-soluble samples with the exception that carbon-dioxide free ethanol is used instead of deionized water.



**Figure 1.** OMNIS system consisting of an OMNIS Sample Robot, an OMNIS Advanced Titrator, and an OMNIS Dosing Module.

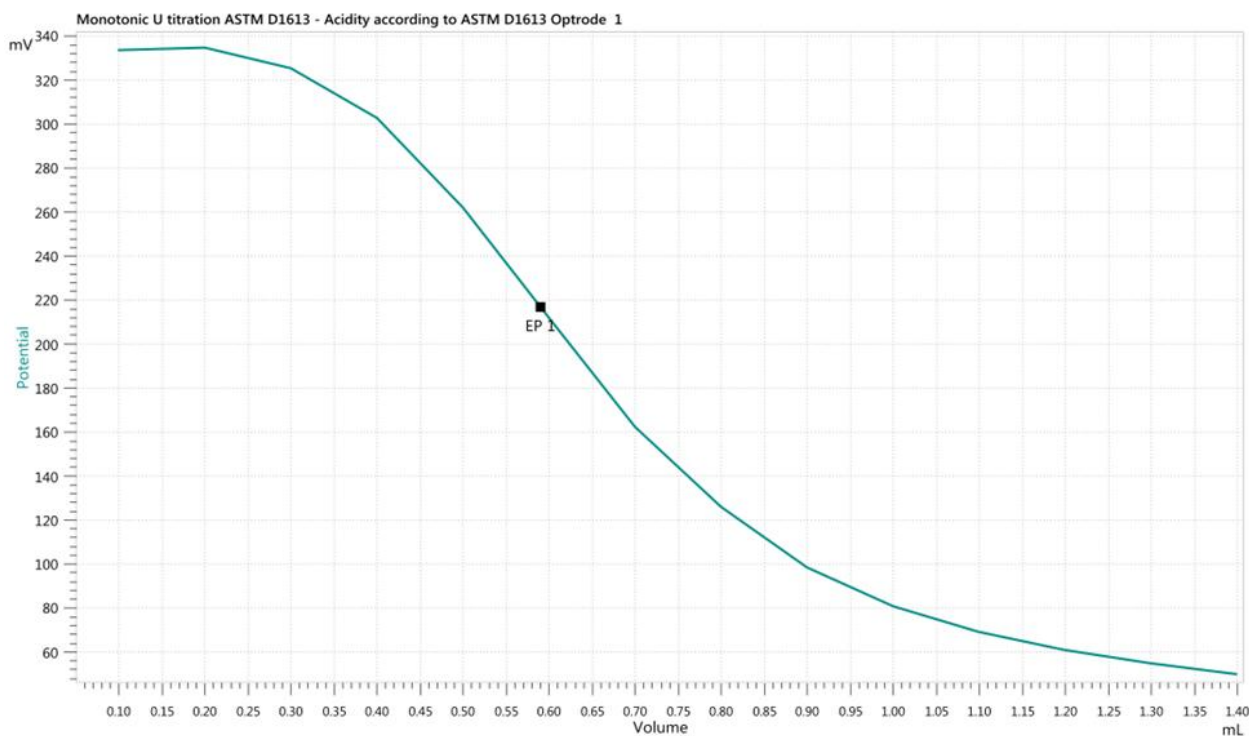
## RESULTS

Color changes are produced which are detected objectively with the Optrode and reliably

evaluated by the OMNIS Software.

**Table 1.** Overview of the results obtained for 4-methyl-2-pentanone (MIBK), 2-ethoxyethyl acetate, and 2-ethoxyethanol (n = 6).

Substance	Mean value / %	SD(abs) / %	SD(rel) / %
4-methyl-2-pentanone	0.0151	$6.0 \cdot 10^{-5}$	0.4
2-ethoxyethyl acetate	0.012	$8.0 \cdot 10^{-5}$	0.7
2-ethoxyethanol	0.0003	$1.6 \cdot 10^{-5}$	5.2



**Figure 2.** Titration curve showing the determination of acidity in volatile solvents according ASTM D1613.

## CONCLUSION

This method shows the possibility to determine very low acidity according to **ASTM D1613**. The standard deviation is acceptable even at very low acidities due to the objective and reproducible detection of the color change by the Optrode.

With the possibility to easily change between 8 different wavelengths, the Optrode can be used for other applications. The fully automated OMNIS system allows to enhance the throughput of the analyses and enabling the best possible results.

Internal reference: AW TI CH1-1254-112018

## CONTACT

メトロームジャパン株式会社  
 143-0006 東京都大田区平和島6-1-1  
 null 東京流通センター アネックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

## CONFIGURATION



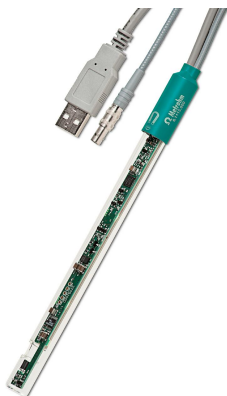
### OMNIS Advanced

スタントアローン稼働またはOMNIS滴定システムのメインハートとしての、革新的なモジュール式の終点滴定および当量点滴定（等量/変動）のためのOMNIS電位差滴定装置です。3Sリキットアタフタテクノロジーにより、化学物質の取り扱いに関してはこれまでにないほどの安全性を誇ります。滴定装置は測定モジュールおよびシリンターユニットによって自由にコンフィグレーションすることかでき、必要に応じてフロヘラスターラで拡張することも可能です。必要に応じてOMNIS Advanced滴定装置を、対応するソフトウェア機能ライセンスによって並行滴定用に装備することかできます。

- ハソコンまたはローカルネットワークを介した制御
- 他のアプリケーションまたは補助溶液のための他の滴定モジュールもしくはトーシンクモジュールか4つまで接続可
- フロヘラスターラの接続可
- 様々なシリンターサイズに対応: 5、10、20、50 mL
- 3Sテクノロジーによるリキットアタフター: 化学物質の安全な取り扱い、メーカーのオリジナル試薬データの自動伝送

#### 測定モードおよびソフトウェアオプション:

- 終点滴定: 機能ライセンス「Basic (ベーシック)」
- 終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): 機能ライセンス「Advanced (アトハンスト)」
- 並行滴定を伴う終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): 機能ライセンス「Professional (プロフェッショナル)」



## Optrode

使用可能な8つの波長を有する光度滴定のための光学センサー。波長の切り替えは、ソフトウェア制御 (tiamo 2.5以降) またはマクネットにて実行できます。ガラスシャフトは完全な耐溶剤性を有し、洗浄が簡単です。省スペースのセンサーは以下のような用途に適しています:

- USPまたはEPに則した非水滴定
- カルホキシル末端基の測定
- ASTM D974に則したTAN/TBN
- 硫酸塩の測定
- セメント中のFe、Al、Ca
- 水の硬度
- USPに則したコントロイチン硫酸

センサーは、色の強度の測定 (比色法) による濃度の測定には適していません。