

Titerbestimmung von Hyamin 1622

Beschreibung

Dieser Applikationsbericht beschreibt das allgemeine Verfahren zur Titerbestimmung von Hyamin 1622 - Lösungen für die Tensidtitration. Das Verfahren ist auch auf andere kationische Titriermittel wie Cetylpyridiniumchlorid anwendbar.

Die Titerbestimmung wird in dieser Applikation bei pH 3 durchgeführt, einem üblichen pH-Wert für die Titration von anionischen Tensiden (bei diesem pH-Wert werden eventuell vorhandene Seifen nicht mit titriert). Wird die Probestitration bei einem anderen pH-Wert mit einem anderen Puffer durchgeführt, kann die Titerbestimmung auch bei diesem pH-Wert durchgeführt werden. Die Titer Bestimmung ist auch ohne Puffer möglich.

Die Zugabe von Triton X-Lösung ist nicht zwingend notwendig, wird aber empfohlen, da sie das klebrige Reaktionsprodukt von Hyamin 1622 und SDS dispergiert und die Elektroden sauber hält.

Der Titer ist eine dimensionslose Zahl von etwa 1 zum Korrigieren der angegebenen Konzentration. In der Software der Titriergeräte und den Applikationsberichten von SI Analytics® beschreibt der Begriff "Titer" die exakte Konzentration in mol/L und nicht den dimensionslosen Faktor.

Geräte

Titratoren	TL 7000 oder höher
Elektrode	TEN 1100 PLH
Referenz-Elektrode	B 2920 + oder B 2420+
Kabel	L 1 A + L 1 N
Laborgeräte	Magnetrührer TM 235
	Becherglas 150 oder 250 ml

Reagenzien

1	Hyamin 1622 - Lösung, von der der Titer bestimmt werden soll
2	Natriumdodecylsulfat (SDS) Referenzmaterial
3	Triton X Lösung
4	Puffer pH 3
5	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

Das Natriumdodecylsulfat Referenzmaterial wird getrocknet, wie in dem entsprechenden Analysezertifikat beschrieben.

Pufferlösung pH 3

8,45 g Citronensäure (Monohydrat) und 3,5g Natriumchlorid werden in ca. 900mL dest. Wasser gelöst, mit ca. 20,6 ml Natronlauge 1 mol/L auf pH 3 eingestellt und auf 1L aufgefüllt.

Reinigung und Handhabung der Elektroden

Die Elektroden werden mit destilliertem Wasser gereinigt.

Keine Lösemittel zur Reinigung der TEN 1100 verwenden! Organische Lösungsmittel zerstören diese Elektrode.

Die TEN 1100 wird trocken gelagert.

Zur Konditionierung wird die Elektrode einige Zeit in eine Lösung von 0,5 mL Hyamin 1622 (0,004 mol/L) und 0,5 mL Natriumdodecylsulfat (0,004 mol/L) in 80mL Wasser gestellt.

Die Bezugselektrode B 2920+ oder B 2420+ ist mit 3 mol/L KCl-Lösung gefüllt. Diese Elektrode wird in 3 mol/L KCl gelagert.

Probenvorbereitung

Die Menge des volumetrischen Standards hängt von der Größe der Bürette und der Konzentration des Titranten ab. Die Menge sollte so gewählt werden, dass etwa die Hälfte des Bürettenvolumens oder etwas weniger verbraucht wird. Am gebräuchlichsten ist die 20-mL-Bürette. Die benötigte Menge an SDS kann nach dieser Faustregel abgeschätzt werden:

$$W [g] = 3 * Concentration[mol/l]$$

Um den Titer eines kationischen Titriermittels mit 0,004 mol/l zu bestimmen, sind etwa 0,012 g SDS-Referenzmaterial erforderlich. So kleine Mengen lassen sich nur schwer exakt einwiegen, so dass man anders vorgehen muss: 0,5 g SDS und 50 g destilliertes Wasser werden in einem Becherglas genau eingewogen und das SDS wird gelöst. Von dieser Lösung werden 1-2 g für die Titerbestimmung verwendet. Das für die Titration verwendete Gewicht SDS wird auf diese Weise berechnet:

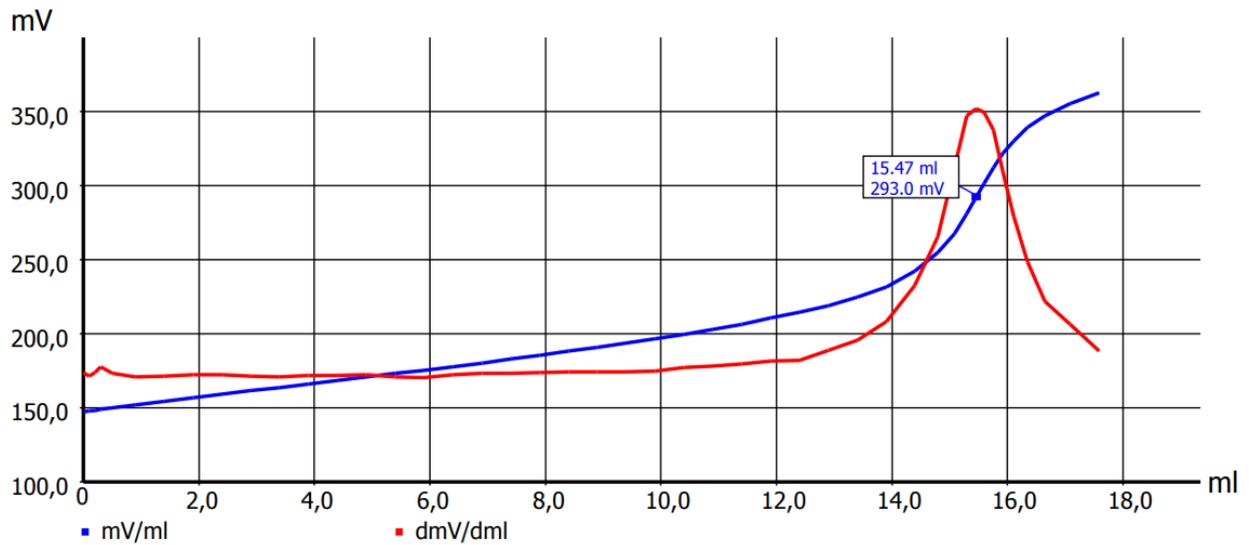
$$\frac{weight(SDS) * weight(used\ solution)}{weight(SDS) + weight(water)}$$

1-2 g SDS-Lösung werden in ein Becherglas gegeben und auf 100 ml aufgefüllt. 5 ml der Pufferlösung pH 3 und 0,5 ml Triton X-Lösung werden zugegeben und die Mischung mit dem kationischen Titriermittel bis zu einem Äquivalenzpunkt titriert.

Der angegebene Gehalt des SDS-Referenzmaterials weicht in der Regel deutlich von 100 % ab, die Probenmenge zur Berechnung der Konzentration muss korrigiert werden:

$$W = \frac{Weight * specified\ assay\ \%}{100}$$

Titrationparameter



Standardmethode	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	individuell	Min. Wartezeit	8 s
		Max. Wartezeit	25 s
		Messzeit	4 s
		Drift	3 mV/min
Startwartezeit	0 s		
Dynamik	individuell	Max. Schrittweite	0.5 ml
		Steigung bei max. ml	7
		Min. Schrittweite	0.075 ml
		Steigung bei min. ml	50
Dämpfung	schwach	Titrationrichtung	steigend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	80
Max. Titrationsvolumen	20 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Eine lineare Titration mit 0,1mL Schrittweite ist ebenfalls möglich.

Berechnung:

$$T \text{ [mol/l]} = \frac{W * F2}{(EQ - B) * M * F1}$$

B	0	Blindwert
W	man	Probenmenge [g]
F2	1000	Umrechnungsfaktor 2
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am EQ
M	288,37	Molekulargewicht von Na-Dodecylsulfat
F1	1	Umrechnungsfaktor 1

Das Ergebnis der Titerbestimmung sollte in mol/L direkt im Wechselaufsatz gespeichert werden.

Fragen? Bitte kontaktieren Sie unser Applikationsteam:

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG, SI Analytics
Hattenbergstraße 10
D-55122 Mainz, Germany
Telefon: + 49 6131 66 5126
Fax: + 49 6131 66 5101
E-Mail: titration@si-analytics.com

SI Analytics
a xylem brand

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG · Hattenbergstr. 10 · D-55122 Mainz ·
Germany Telefon: +49 6131.66. 5111 · E-Mail: Info.si-analytics@Xyleminc.com · **www.si-
analytics.com**

Alle Namen sind eingetragene Handelsnamen oder Warenzeichen der Xylem Inc. oder eines seiner
Tochterunternehmen. Technische Änderungen vorbehalten.
© 2018 Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG.