



Application Note AN-T-239

Valoración no acuosa de bases débiles con ácido perclórico.

Determinación rápida y precisa del valor de aminos con ácido perclórico mediante valoración no acuosa

Las aminos son bases débiles y se utilizan en procesos químicos industriales y en productos farmacéuticos. Un parámetro importante y un indicador de calidad es el valor de amina (expresado en mg KOH/g de muestra). Las bases débiles como las aminos pueden valorarse en disolventes apróticos con buena precisión si se utiliza un ácido muy fuerte como valorante. El ácido más fuerte en medios no acuosos es el ácido perclórico en ácido acético glacial. El disolvente utilizado también juega un papel

importante durante el análisis. El ácido acético con <1% de contenido de agua es un excelente disolvente para bases débiles.

Esta nota de aplicación presenta la valoración de aminos con ácido perclórico no acuoso. En concreto, la concentración de trietanolamina (TEOA) se determina mediante valoración con ácido perclórico en ácido acético glacial utilizando un Solvotrode easyClean y cloruro de litio en etanol como electrolito.

MUESTRA Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Esta aplicación se demuestra en trietanolamina. No se

requiere preparación de muestras.

EXPERIMENTO

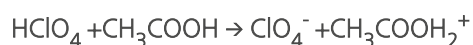
Las determinaciones se realizan en un Eco Titrator equipado con un Solvotrode easyClean con sensor de

temperatura Pt1000 integrado (Figura 1).

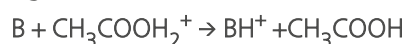


Figure 1. Eco Titrator equipado con un Solvotrode easyClean con sensor de temperatura Pt1000 integrado.

Ácido perclórico (HClO_4) reacciona con ácido acético (CH_3COOH) para formar un ion ácido fuerte, como se muestra en esta ecuación:



Luego, la base débil (B) reacciona mediante el siguiente mecanismo de reacción de neutralización:



El ion ácido fuerte garantiza un salto de voltaje claro y

un punto de equivalencia incluso al valorar bases débiles.

Se pesa una cantidad adecuada de muestra en el vaso de titulación y luego se anade ácido acético glacial. Posteriormente se titula la solución hasta después del primer punto de equivalencia con ácido perclórico estandarizado en ácido acético glacial.

RESULTADOS

Este método ofrece resultados muy precisos, como se muestra en **tabla 1**. Una curva de titulación ejemplar

de TEOA con HClO_4 se da en **Figura 2**, que muestra el fuerte salto de voltaje en el punto de equivalencia.

Tabla 1. Resultados de la valoración potenciométrica de trietanolamina (n=6).

Muestra (n=6)	Valor de amina (mg KOH/g)	Recuperación (%)
Valor medio	375,42	99,83
SD (abs)	2,79	0,74
SD(rel) en %	0,7	0,7

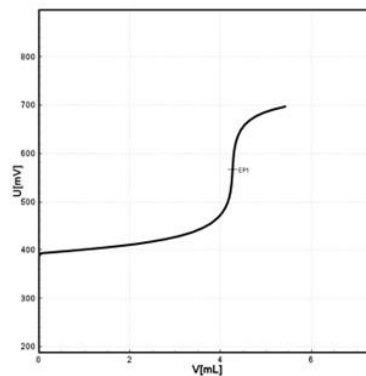


Figure 2. Curva de titulación de ácido perclórico con un punto de equivalencia.

CONCLUSIÓN

No siempre es posible valorar con precisión ácidos o bases débiles en disolventes acuosos. Las muestras suelen ser insolubles en agua o el potencial de la titulación es demasiado bajo para una evaluación clara. En tales casos, se recomiendan valoraciones no acuosas. Un ejemplo de ello es la valoración del ácido perclórico en ácido acético glacial para sustancias débilmente básicas.

El Eco Titrator compacto con agitador magnético

integrado e interfaz de usuario táctil es ideal para la valoración no acuosa de bases débiles con ácido perclórico. El sistema ofrece un manejo fácil de usar a un precio atractivo. El Eco Titrator es compacto y ocupa un espacio mínimo en la mesa de laboratorio. Los métodos preinstalados facilitan que los usuarios sin experiencia en laboratorio obtengan rápidamente resultados precisos, confiables y que cumplan con GLP.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



Eco Titrator Acid/Base

El compacto Eco Titrator con agitador magnético incorporado e interfaz de usuario sensible al tacto es ideal para el análisis rutinario. Ofrece siempre resultados conformes a las normas PCL en un espacio mínimo (aprox. DIN A4).

El Eco Titrator Acid/Base le ofrece el paquete completo para la titulación ácido-base en soluciones acuosas. El paquete incluye un titulador, una unidad de cilindro de 20 mL, así como un electrodo pH combinado Ecotrode plus.



Solvotrode easyClean (cable fijo de 1,2 m)

Electrodo pH combinado con diafragma easyClean flexible y cable fijo (1,2 m) para todas las titulaciones ácido-base no acuosas.

La membrana de vidrio está optimizada para soluciones poco conductoras y, gracias al diafragma easyClean de fácil limpieza, este electrodo también es apto para muestras muy sucias (por ejemplo, aceite usado).

El electrodo puede utilizarse con electrolitos de referencia no acuosos (cloruro de litio o bromuro de tetraetilamonio). Conservación en el electrolito de referencia correspondiente.

El Solvotrode easyClean también está disponible con el número de artículo 6.0229.020 en una longitud de cable fija de 2,0 m.