



Application Note AN-T-239

Titolazione non acquosa di basi deboli con acido perclorico

Determinazione rapida e accurata del valore amminico con acido perclorico mediante titolazione non acquosa

Le ammine sono basi deboli e vengono utilizzate nei processi chimici industriali e farmaceutici. Un parametro importante e indicatore di qualità è il valore dell'ammina (espresso in mg KOH/g campione). Le basi deboli come le ammine possono essere titolate in solventi aprotici con buona precisione se come titolante viene utilizzato un acido molto forte. L'acido più forte nei mezzi non acquosi è l'acido perclorico nell'acido acetico glaciale. Anche il solvente utilizzato gioca un ruolo importante

durante l'analisi. L'acido acetico con un contenuto di acqua <1% è un eccellente solvente per basi deboli. Questa Application Note presenta la titolazione delle ammine con acido perclorico non acquoso. Nello specifico, la concentrazione di trietanolamina (TEOA) viene determinata mediante titolazione con acido perclorico in acido acetico glaciale utilizzando un Solvotrode easyClean e cloruro di litio in etanolo come elettrolita.

CAMPIONE E PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

Questa applicazione è dimostrata sulla trietanolamina. Non è necessaria la preparazione

del campione.

ANALISI

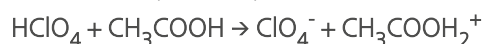
Le determinazioni vengono effettuate su un Eco Titrator dotato di Solvotrode easyClean con sensore di

temperatura Pt1000 integrato (Figura 1).

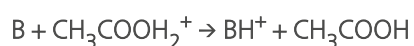


Figure 1. Eco Titrator dotato di Solvotrode easyClean con sensore di temperatura Pt1000 integrato.

L'acido perclorico (HClO_4) reagisce con l'acido acetico (CH_3COOH) per formare un forte ione acido, come mostrato in questa equazione:



Quindi la base debole (B) reagisce tramite il seguente meccanismo di reazione di neutralizzazione:



Lo ione acido forte garantisce un chiaro salto di

tensione e punto di equivalenza anche durante la titolazione di basi deboli.

Una quantità adeguata di campione viene pesata nel bicchiere di titolazione e quindi viene aggiunto acido acetico glaciale. Successivamente la soluzione viene titolata fino a oltre il primo punto di equivalenza con acido perclorico standardizzato in acido acetico glaciale.

RISULTATI

Questo metodo offre risultati molto accurati, come mostrato nella **Tabella 1**. Una curva di titolazione esemplare di TEOA con HClO_4 è riportata nella **Figura**

2, che mostra il brusco salto di tensione nel punto equivalente.

Tabella 1. Risultati della titolazione potenziometrica della trietanolamina (n=6).

Campione (n=6)	Valore amminico (mg KOH/g)	Recupero (%)
Valore medio	375.42	99.83
SD(abs)	2.79	0.74
SD(rel) in %	0.7	0.7

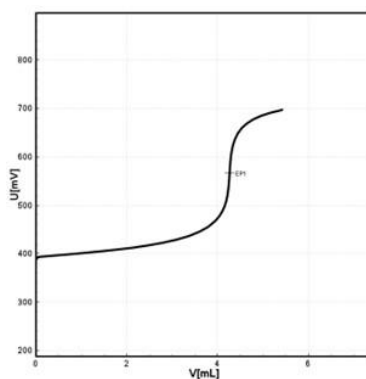


Figure 2. Curva di titolazione dell'acido perclorico con un punto equivalente.

CONCLUSIONE

Non è sempre possibile titolare accuratamente acidi o basi deboli in solventi acquosi. I campioni sono spesso insolubili in acqua oppure il potenziale della titolazione è troppo basso per una valutazione chiara. In questi casi si consigliano titolazioni non acquose. Un esempio di ciò è la titolazione dell'acido perclorico nell'acido acetico glaciale per sostanze debolmente basiche.

Il compatto Eco Titrator con agitatore magnetico

integrato e interfaccia utente sensibile al tocco è ideale per la titolazione non acquosa di basi deboli con acido perclorico. Il sistema offre una gestione intuitiva a un prezzo interessante. L'Eco Titrator è compatto e occupa uno spazio minimo sul banco di laboratorio. I metodi preinstallati consentono agli utenti senza esperienza di laboratorio di ottenere rapidamente risultati precisi, affidabili e conformi alla GLP.

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Eco Titrator Acid/Base

Il compatto Eco Titrator, con agitatore magnetico integrato e l'interfaccia utente tattile, è l'ideale per l'analisi di routine. Fornisce sempre risultati conformi alla Buona pratica di laboratorio con il minimo ingombro (circa DIN A4).

L'Eco Tritator Acid/Base vi offre il pacchetto completo per la titolazione acido-base in soluzioni acquose. Il pacchetto include il titolatore, un'unità cilindro da 20 mL e un elettrodo per pH combinato Ecotrode Plus.



Solvotrode easyClean (cavo fisso da 1,2 m)

Elettrodo per pH combinato con diaframma easyClean flessibile e cavo fisso (1,2 m) per tutte le titolazioni acido/basiche non acquose.

La membrana di vetro è ottimizzata per le soluzioni cattive conduttrici e grazie al diaframma easyClean, di facile pulizia, l'elettrodo è adatto anche a campioni molto sporchi (ad es. olio esausto).

L'elettrodo è utilizzabile con elettroliti di riferimento non acquosi (cloruro di litio o tetraetilammonio bromuro). Conservazione nel relativo elettrolita di riferimento.

Solvotrode easyClean è disponibile anche con un cavo di lunghezza fissa pari a 2,0 m, con numero dell'articolo 6.0229.020.