Bestimmung von anionischen Tensiden

Beschreibung

Anionische Tenside werden vielfach in Wasch- und Reinigungsmitteln eingesetzt. Bekannte Vertreter sind z.B. Natriumdodecylsulfat oder Alkylbenzolsulfonate. Die Bestimmung des Gehaltes kann durch Titration mit einem kationischen Tensid (Hyamin 1622 oder Cetylpyridiniumchlorid) erfolgen. Hyamin 1622 ist als fertige Maßlösung erhältlich, Cetylpyridiniumchlorid liefert meist bessere Potentialsprünge, diese Lösungen müssen allerdings selbst angesetzt werden. Da es sich um eine Fällungstitration handelt, die auf der Bildung von hydrophoben Addukten basiert, können nur anionische Tenside mit ausreichend hydrophobem Anteil titriert werden. Anionische Tenside mit einer Kohlenstoffkette < C_{10} werden meist nicht vollständig erfasst. Da die hydrophoben Addukte häufig recht klebrig sind und sich auf den Elektroden absetzen können, sollte mit möglichst verdünnen Lösungen (0,004 mol/l, seltener bis 0,01 mol/l) gearbeitet werden. Auch die Zugabe von nichtionischen Tensiden (Triton X) hilft, die Elektroden sauber zu halten.
Sind in der Probe auch Fettsäuren enthalten, muss der pH-Wert auf pH 2-3 eingestellt werden, da ansonsten die Fettsäuren mittitriert werden.

Geräte

Titrator	TL 7000 oder höher
Wechselaufsatz	WA 10
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 oder Cetylpyridiniumchlorid 0,004 mol/l
2	Puffer pH 3
3	Triton X Lösung
4	Natriumdodecylsulfat
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

Kationische Tenside wie Hyamin 1622 oder Cetylpyridiniumchlorid können auf vielen Oberflächen wie der Innenseite von Flaschen oder dem Zylinder der Bürette adsorbieren – es braucht etwas Zeit, bis sich hier ein Gleichgewicht eingestellt hat. Es wird daher empfohlen, die Titerbestimmung nicht direkt nach dem Befüllen der Bürette durchzuführen.

Hyamine 1622 0,004 mol/L:
Ist als fertige Lösung erhältlich.

Cetylpyridiniumchlorid 0.004 mol/L:
1,36 g Cetylpyridiniumchlorid werden in ca. 0,5L Wasser gelöst und auf 1L aufgefüllt.
Die Titerbestimmung erfolgt mit Natriumdodecylsulfat (SDS), siehe Applikation “titer determination in surfactant titration”.

Pufferlösung pH 3
7,8 g wasserfreie Citronensäure 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 Elektrode TEN 1100

Die Elektrode wird mit destilliertem Wasser und ggf. einer Lösung von Triton X in dest. Wasser gereinigt. Die Membran der Elektrode darf nicht mechanisch gereinigt werden. Keine Lösemittel zur Reinigung verwenden, die Membran kann dadurch zerstört werden. Die Lagerung erfolgt sauber und trocken.
Bei einer neuen Elektrode oder einer, die längere Zeit nicht benutzt wurde, sind die Potentialsprünge bei den ersten Titrationen meist recht flach. Deshalb sollte die Elektrode vor Verwendung konditioniert werden: Hierzu 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.

Probenvorbereitung

Die Probe wird eingewogen, mit dest. Wasser auf ca. 100 mL aufgefüllt, 5 ml Pufferlösung pH 3 und 0,5 mL Triton X - Lösung zugegeben. Triton X ist erforderlich, wenn die Niederschläge klebrig sind. Wenn nicht, kann darauf verzichtet werden. Bei alkalischen Proben muss der pH-Wert ggf. mit verd. HCl auf pH 3 eingestellt werden. In der Probe sollten ca. 5 – 20 mg anionisches Tensid enthalten sein.

Bei schwer löslichen Proben kann die Löslichkeit der Probe durch Zugabe von etwas Methanol oder Ethanol verbessert werden. Achtung: Methanol und Ethanol reduzieren die Lebensdauer der Elektrode, die Zugabe sollte 5% nicht übersteigen.

Anschließend wird mit Hyamin 1622 oder Cetylpyridiniumchlorid auf einen Equivalenzpunkt titriert. Bei manchen Proben ist der Potentialsprung am EQ nur schwach ausgeprägt. Hier ist es oft besser, ein Endvolumen oder das Potential einer austitrierten Probe als Stop-Kriterium zu verwenden.

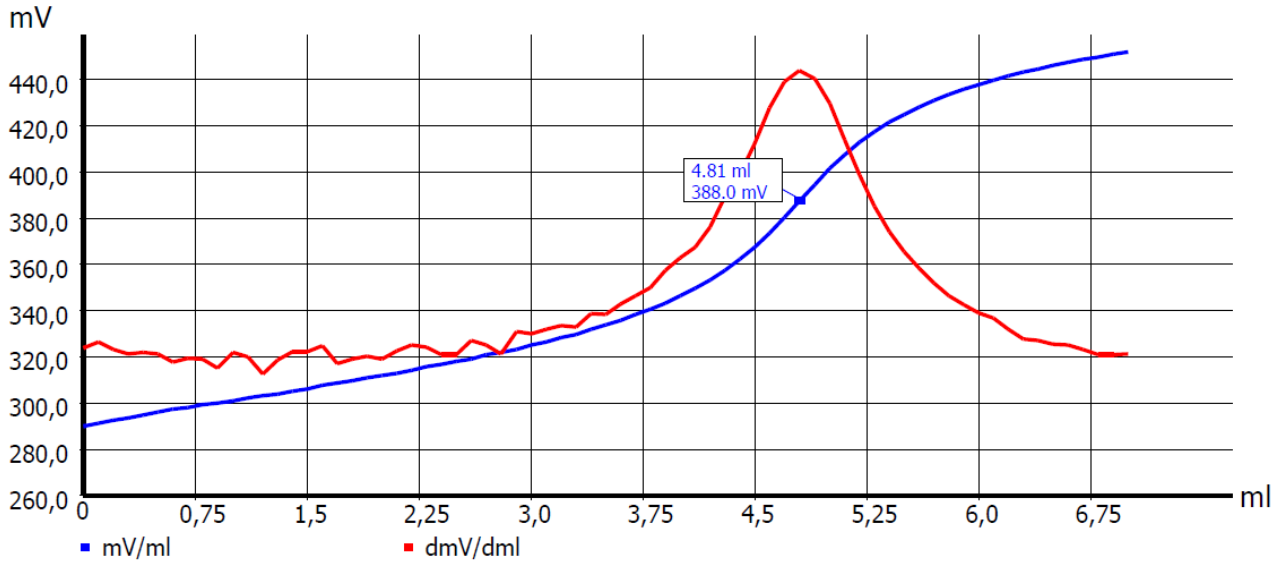
Soll der Gehalt von Tensiden oder Tensid-Konzentraten bestimmt werden, die oftmals über 50% anionische Bestandteile enthalten, ist die benötigte Probenmenge sehr gering und schwierig zu wiegen. Hier bedient man sich folgender Methode: eine größere Menge Probe (W_{Sample}) wird in einen Kolben eingewogen. Dazu wird die 50 – 200 fache Menge destilliertes Wasser (W_{H2O}) gewogen und die Probe darin gelöst. Von dieser Lösung wird zur Titration eine aliquote Menge A eingewogen. Die darin enthaltene Probenmenge wird nach folgender Formel berechnet:

$$W\,[g] = \frac{W_{Sample}\,[g]}{(W_{Sample}\,[g] + W_{H2O}\,[g])} * A\,[g]$$

Titrationsparameter

Für die Tensid - Titration empfiehlt sich eine langsame, lineare Titration mit relativ großen Schritten.

Da es sich um eine langsame Fällungstitration handelt, sind entsprechend langsame Messgeschwindigkeiten nötig. Eine solche Titration kann durchaus 10 – 20 min. dauern. Eine dynamische Titration kann in Ausnahmefällen durchgeführt werden.



Standardmethode	--		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	linear		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	8 s
		Max. Wartezeit	25 s
		Messzeit	4 s
		Drift	3 mV/min
Startwartezeit	5 s		
Lineare Schrittweite	0,1 mL		
Dämpfung	mittel	Titrationsrichtung	steigend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	80
Max. Titrationsvolumen	10 mL		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Bei schwierigen Proben kann es vorteilhaft sein, statt der Messgeschwindigkeit / Drift eine feste Wartezeit von 20s und mehr zu verwenden.

Bei Proben, die einen starken Potentialsprung liefern, kann auch dynamisch titriert werden.

Standardmethode	--		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	8 s
		Max. Wartezeit	25 s
		Messzeit	4 s
		Drift	3 mV/min
Startwartezeit	0 s		
Dynamik	Mittel	Max. Schrittweite	0,5 mL
		Steigung bei max. ml	7
		Min. Schrittweite	0,075 mL
		Steigung bei min. ml	50
Dämpfung	mittel	Titrationsrichtung	steigend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	80
Max. Titrationsvolumen	10 mL		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

$$Na - Dodecylsulfat\ SDS\ [\%] = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{W * F2}$$

B	0	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	288,37	Molekulargewicht von Na-Dodecylsulfat
W	man	Einwaage [g]
F1	0.1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

Die Berechnung erfolgt hier als Natriumdodecylsulfat (SDS). Bei anderen Tensiden muss zur Berechnung die entsprechende Molmasse verwendet werden.

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG,
SI Analytics
Erich-Dombrowski-Straße 4 • D-55127 Mainz

Tel+ 49 6131 894-5111
TechInfo.xags@xylem.com
xylemanalytics.com

Alle Namen sind eingetragene Handelsnamen oder Warenzeichen der Xylem Inc. oder eines seiner Tochterunternehmen.
Technische Änderungen vorbehalten.
© 2025 Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG.

2025/10/06

xylem
Let's Solve Water