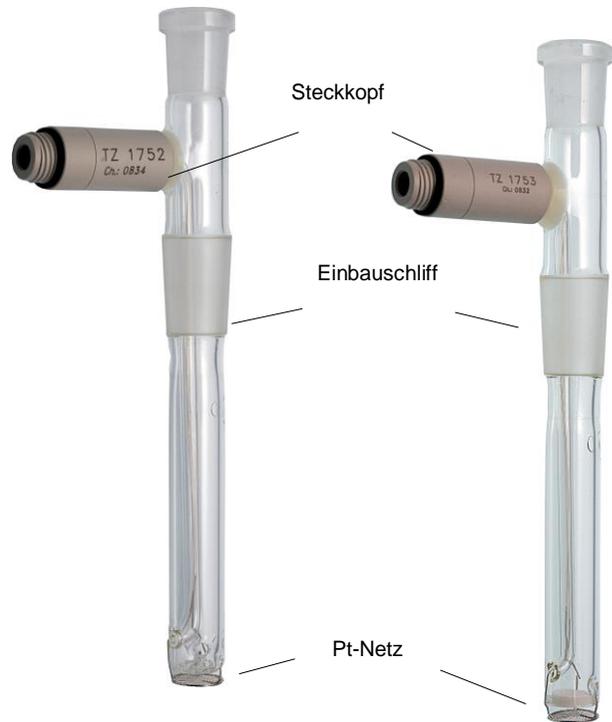


Gebrauchsanleitung für Generatorelektrode mit und ohne Diaphragma für die Coulometrie



Xylem Analytics Germany GmbH

Am Achalaich 11
82362 Weilheim
Germany

SI Analytics
Tel.: +49.(0)6131.66.5119
Fax: +49.(0)6131.66.5001
E-mail: Service-Sensors.si-analytics@xylem.com
www.XylemAnalytics.com

SI Analytics
a xylem brand



Vorbereitung und Allgemeines

Die Generatorelektrode mit Diaphragma vor der ersten Messung und nach jeder Reinigung bei max. 50°C im Trockenschrank etwa 30 min. trocknen.

Die Generatorelektrode ohne Diaphragma ist sofort messbereit.

Lagerung und Wartung

Die Lagerbedingungen für Generatorelektroden sind unkritisch, sie liegen im Bereich von 0–50°C und 5–95% relativer Feuchte. Bei häufigem Gebrauch empfiehlt sich die Aufbewahrung direkt im Titrationsgefäß.

Wechsel des Katholyt: wöchentlich, je nach Titrationsmenge.

Wechsel des Anolyt: je nach Probenbeschaffenheit und Wassergehalt.

Reinigung

Verfärbungen und Ablagerungen auf **Anode** und **Kathode** können mit Chromschwefelsäure oder konz. Salpetersäure entfernt werden.

Ölhaltige Verschmutzungen werden mit alkalischen Tensiden oder Lösungsmitteln entfernt.

Ablagerungen am **Diaphragma** werden einige Stunden mit konz. Salpetersäure aufgeweicht. Dazu die Elektrode z.B. an einer Stativstange befestigen, in ein Becherglas stellen und mit konz. Salpetersäure befüllen. Danach zuerst gründlich mit dest. Wasser spülen.

Den Kathodenraum anschließend mit Ethanol oder Methanol befüllen und die Lösung über das Diaphragma auslaufen lassen.

Diesen Spülvorgang nach jeder Reinigung etwa 2 bis 3 Mal durchführen.

Qualität

Jede Elektrode muss die strengen Qualitätsanforderungen der Endprüfung erfüllen. Die Lebensdauer ist stark abhängig von den Einsatzbedingungen.

Technische Änderungen vorbehalten.

Applikationshinweise zur coulometrischen KF Titration mit der Generatorelektrode mit Diaphragma TZ 1753

Wenn eine Generatorelektrode mit Diaphragma verwendet wird, werden unterschiedliche Reagenzien eingefüllt: In den Anodenraum der Analyt zur Iodherstellung, in den Kathodenraum der Katholyt zur Gegenreaktion (Abb.1).

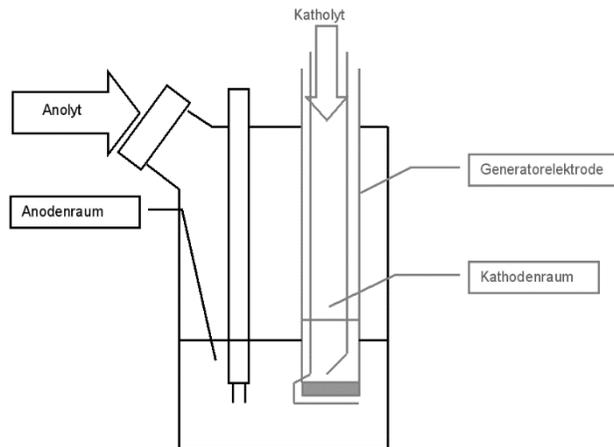


Abb. 1 Zugabe der unterschiedlichen Reagenzien bei Verwendung der Generatorelektrode mit Diaphragma

Es werden etwa 100 ml Analyt und bis zu 5 ml Katholyt eingefüllt. Es sollte dabei so viel Katholyt eingefüllt werden, dass Analyt und Katholyt ein Flüssigkeitslevel haben. Oft ist der Katholyt in 5 ml Ampullen verfügbar.

Für unterschiedliche Applikationen können Analyt und Katholyt der Probenmatrix angepasst werden.

Wenn die Probe Aldehyde oder Ketone enthält, werden spezielle „K“ Reagenzien, sowohl als Analyt als auch als Katholyt eingesetzt.

Um die Löslichkeit von unpolaren Proben zu verbessern, werden unpolare Lösungsmittel zugesetzt oder spezielle Analyt-Reagenzien eingesetzt. Insgesamt kann die Leitfähigkeit soweit herabgesetzt sein, dass die Stromausbeute an der Anode nicht mehr vollständig ist und Überbefunde erhalten werden.

Dies passiert vor allen Dingen, wenn der Chloroformanteil einen bestimmten Anteil überschreitet. Steigen Sie in solchen Fällen auf ökologisch unbedenklichere, moderne chloroformfreie Reagenzien um. Ist dies aus applikativen Gründen nicht möglich, kann in solchen Fällen ein Korrekturfaktor in der Berechnung eingeführt werden oder durch die Zugabe von weiteren 5 ml Katholyt in den Anodenraum die Stromausbeute verbessert werden.

Was passiert im einzelnen?

Bei der Coulometrie wird das Titrierreagenz elektrochemisch aus dem Analyten an der Anode der Generatorelektrode hergestellt. Es wird Iodid zu Iod oxidiert. Die Indikatorelektrode zeigt an, ob die Reaktion beendet ist. Sobald eine winzige Menge Iod im Überschuss vorhanden ist, kann hier durch das reversible Redoxpaar ein Strom gemessen werden (Abb.2). In der Generatorelektrode findet an der Kathode als Gegenreaktion die Reduktion zu Wasserstoff statt. Durch ein Diaphragma kann der Kathodenraum von der Probe und dem Anodenraum getrennt werden (Abb. 3).

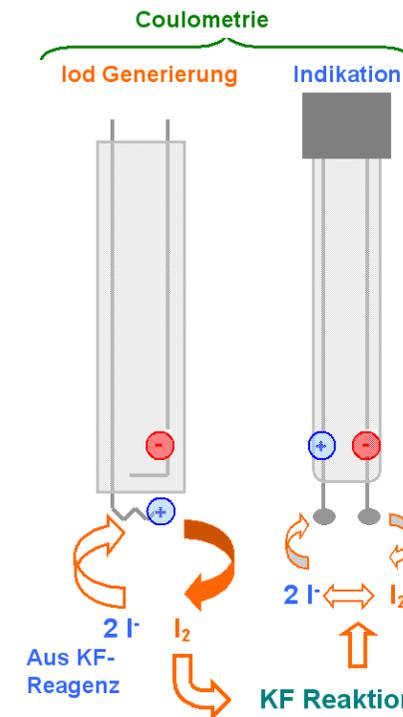


Abb. 2 Prinzip der Coulometrischen Titration

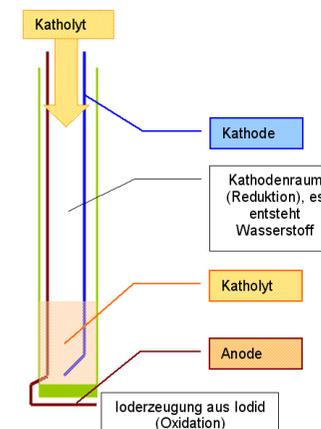
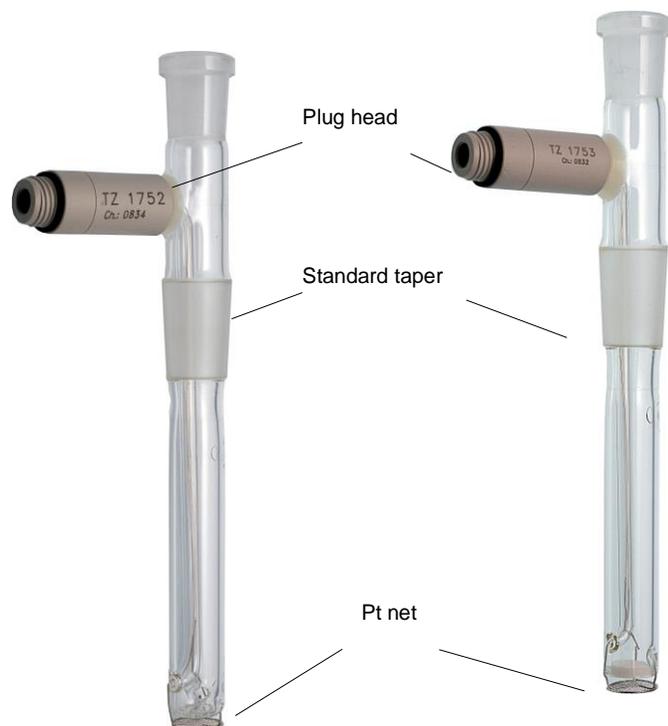


Abb. 3 Der Aufbau der Generatorelektrode

Instruction manual for generator electrode with and without diaphragm for coulometric measurement



Xylem Analytics Germany GmbH

Am Achalaich 11
82362 Weilheim
Germany

SI Analytics
Tel.: +49.(0)6131.66.5119
Fax: +49.(0)6131.66.5001
E-mail: Service-Sensors.si-analytics@xylem.com
www.XylemAnalytics.com

SI Analytics
a xylem brand



Preparation and general

The generator electrode with diaphragm must be dried before the first measurement and after every cleaning in the drying oven at **max. 50°C** for 30 min.

The generator electrode without diaphragm is ready to perform the measurement.

Storage and maintenance

The storage conditions for generator electrodes are uncritical. They are in the range of 0–50°C and 5–95% relative humidity. If often used, a storage in the titration vessel is recommended.

Change of catholyt: depending on application, and titration volume.

Change of anolyt: depending on sample consistence and water content.

Cleaning

Discoloration or precipitations on **anode** and **cathode** can be removed with conc. nitric acid. Oil contamination can be removed with alkaline tensid solutions or solvents.

Precipitations on the **diaphragm** will be softened some hours with conc. nitric acid. Therefore the electrode is fixed with e.g. a stand, placed in a beaker and filled with conc. nitric acid. Afterwards rinse it extensively with dist. water.

The cathode chamber is filled with ethanol and the solution should be spilled out through the diaphragm. This rinsing procedure should be done 2-3 times after every cleaning.

Please wear suitable protective equipment and consider the warning and safety instructions of the corresponding solutions.

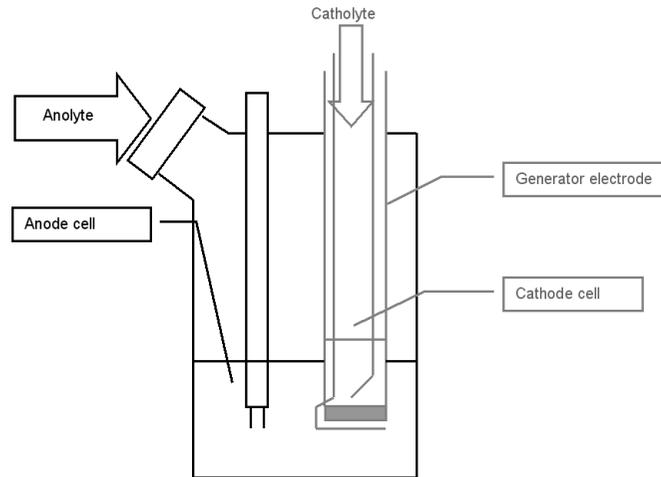
Quality

Every electrode must meet the strict quality requirements of final testing. The durability depends mainly on the usage conditions.

Subject to technical amendment.

Application Hints for Coulometric KF Titration with Generator Electrode TZ 1753

In case of using a generator electrode with glass frit, different reagents have to be used: In the anode cell the anolyte for Iodine generation, in the cathode cell the catholyte for the related redox reaction (pic 1).



Pic. 1 Addition of different reagents in case of using the generator electrode with glass frit.

Fill in about 100 ml anolyte and up to 5 ml catholyte. Add as much catholyte as it is necessary to have one liquid level of catholyte and anolyte. Typically 5 ml ampouls are available. For different applications anolyte and catholyte can be adjusted to the sample matrix. In the case the sample contains Aldehydes or Ketons, special „K“ Reagents are used as anolyte as well as catholyte.

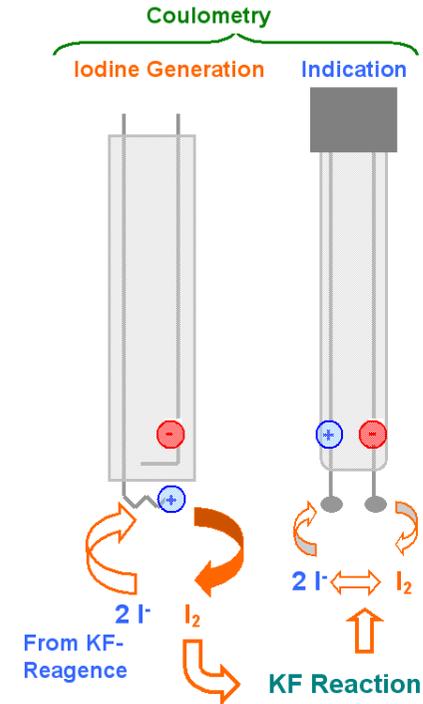
For optimizing the solubility of unpolar samples, unpolar solvents are added or special unpolar anolytes are used. In such cases it is possible that the total conductivity is reduced in the way that the electricity yield is not any longer complete and the result is higher than expected.

This happens often in cases, where Chloroform content exceeds a certain amount. In such cases we recommend to use ecological more harmless, modern Chloroform free reagents. In cases this is applicable, an correction factor can be used in the calculation or additional 5 ml catholyte in the anode cell improves the electric yield.

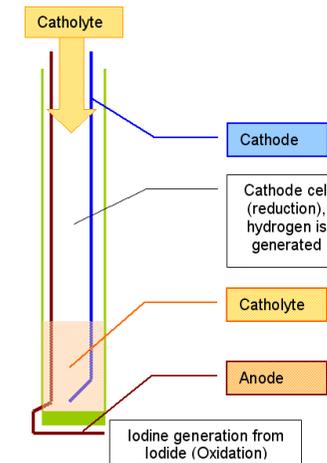
What is happening in detail?

In the coulometry the titration reagent is produced electrochemically out of the anolyte at the anode of the generation electrode. Iodide is oxidized to Iodine.

The indicator electrode indicates, whether the reaction is ready or not. As soon as there is a little amount of Iodine in surplus, a current is measured by the reversible redox pair. (pic.2). In the generator electrode the forming of Hydrogene takes place as the related redox reaction. The cathode cell is separated from the anode cell by a glass frit. (Pic. 3).



Pic. 2 Principle of the Coulometric titration



Pic. 3 The generator electrode