

Bestimmung von Wasser in flüssigen Proben

Beschreibung

Diese Applikation ist auf die meisten flüssigen Proben anwendbar, solange keine Nebenreaktionen auftreten und sich die Probe im KF Reagenz löst.

Flüssige Proben, die sich nicht oder nicht vollständig in Alkoholen lösen, können oftmals trotzdem in Methanol o.ä. titriert werden: Das Wasser wird während der Titration aus der im Lösemittel dispergierten Probe extrahiert. Die Extraktionszeit sollte dann erhöht werden.

Die Löslichkeit der Probe lässt sich durch die Zugabe von Toluol, Chloroform, langkettigen Alkoholen oder ähnlichem verbessern. Es sind auch verschiedene, spezielle KF-Lösemittel für Öle oder Fette erhältlich.

In dieser Applikation werden zur Bestimmung des Wassergehaltes 1 – Komponenten Reagenzien verwendet. Die Verwendung von 2-Komponenten Reagenzien ist ebenfalls möglich, wenn die entsprechenden Titrationsparameter verwendet werden.

Verursacht eine Probe Nebenreaktionen, erkennt man dies oft an der Titrationskurve: Nachdem das Wasser titriert wurde (der steile Anstieg der Kurve zu Beginn), steigt die Titrationskurve stetig an, bis die max. Zeit erreicht wurde, das μA -Endkriterium wird nicht erreicht. Manche Nebenreaktionen lassen sich durch Titration mit speziellen Reagenzien unterbinden (Ketone), bei anderen hilft es, in der Kälte zu titrieren. Einige Nebenreaktionen sind nicht zu verhindern.

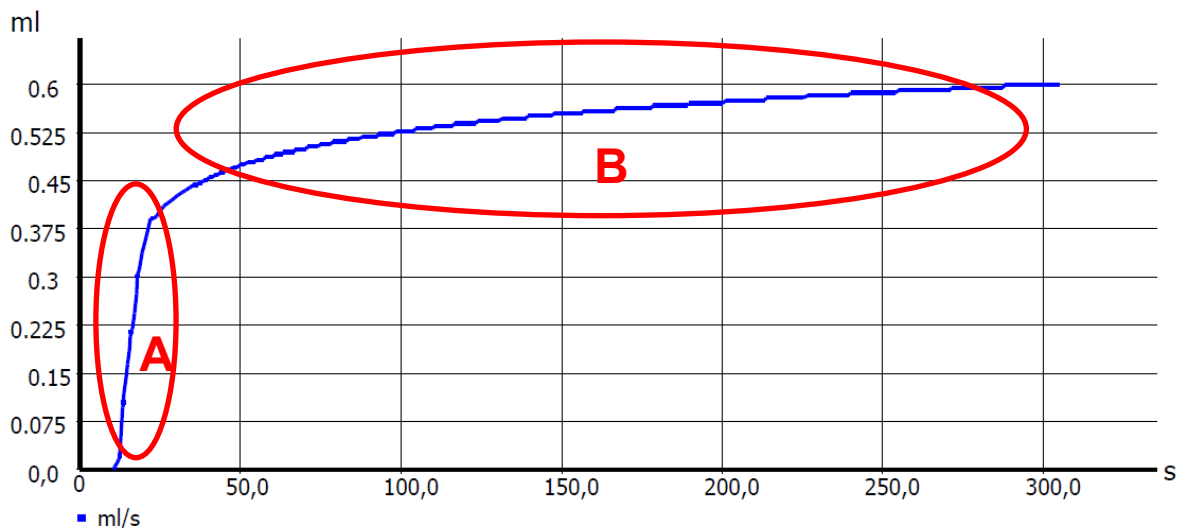


Abb.: KF-Titration mit Nebenreaktion; A: Wasser + Nebenreaktion; B: Nebenreaktion

Geräte

Titратор	TL 7500 KF oder höher
Wechselaufsatz	WA 10
Elektrode	KF 1100
Laborgeräte	Magnetrührer TM 235 KF
	Karl-Fischer-Titriergefäß
	Glasspritze (oder Einwegspritze) mit Nadel

Reagenzien

1	1-Komponenten Titriermittel, z.B. Composite 2 oder 5 oder ein ähnliches Reagenz
2	1-Komponenten Lösemittel, z.B. CompoSolver E, Methanol oder ein ähnliches Reagenz
3	Molekularsieb, getrocknet
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

Karl-Fischer Reagenzien sind als fertige Lösung erhältlich.

Das Molekularsieb muss regelmäßig ausgetauscht oder getrocknet werden, spätestens alle 4 Wochen.

Reinigung und Handhabung der Elektrode KF 1100

Die Elektrode KF 1100 benötigt keine spezielle Behandlung.

Die beiden Platinpins dürfen sich nicht berühren. Zur Reinigung eignet sich z.B. Isopropanol oder andere Lösemittel, die Glas und Platin nicht angreifen.

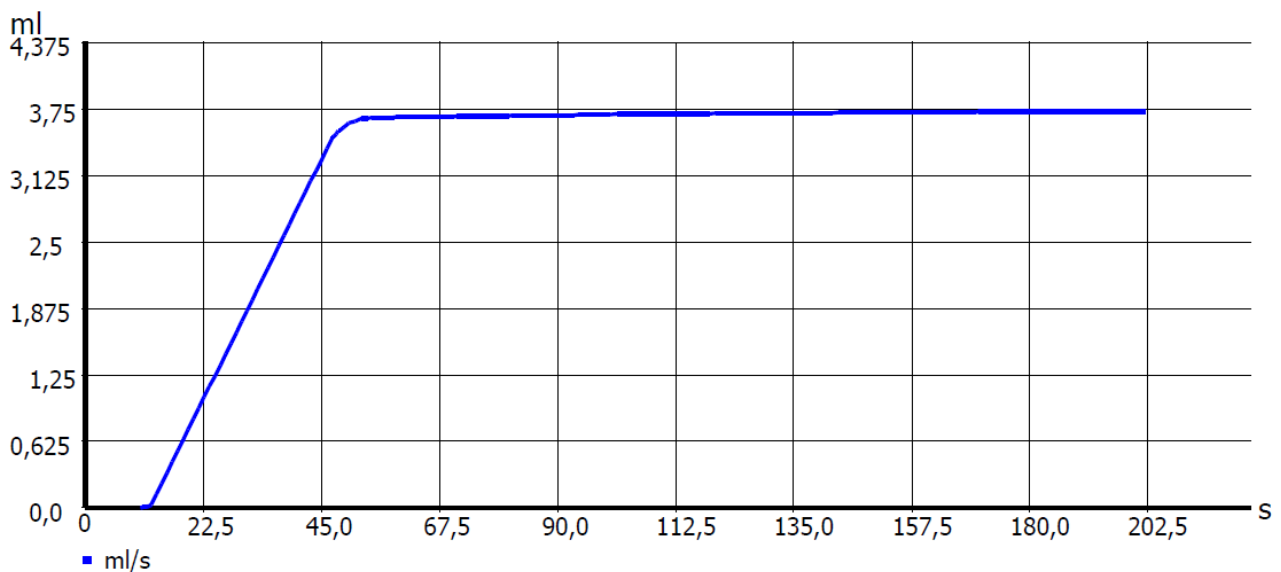
Probenvorbereitung

Die Titrierzelle wird mit ca. 30 ml Lösemittel gefüllt und die Konditionierung gestartet. Das Lösemittel kann für mehrere Titrationsen genutzt werden.

Die Probe wird in eine Spritze mit Nadel gezogen. Wenn möglich sollte die Spritze vorher mit einer kleinen Menge Probe gespült werden. Nach der Konditionierung der Titrierzelle wird die Probe durch das Septum in die Titrierzelle gespritzt und die Titration gestartet. Die Probenmenge wird durch zurückwiegen der Spritze bestimmt.

Die benötigte Probenmenge kann nach dieser Faustformel abgeschätzt werden:

$$W(g) = \frac{0,5 * Titer \left[\frac{mg}{mL}\right]}{\text{erwarteter Wassergehalt} [\%]}$$



Titrationparameter

Für die KF-Titration sollten zu den verwendeten Reagenzien passende Methodenparameter gewählt werden. Entsprechende Standardmethoden sind im Titrator gespeichert, für die meisten Anwendungen sind die hier verwendeten Parameter gut geeignet.

Für 1-Komponenten Reagenzien eignet sich die Standardmethode „Sample 1-Comp.“:

Standardmethode	Sample 1-Comp.
Methodentyp	Automatische Titration
Modus	KF
Konditionierung	An
Extraktionszeit	10 s
Feste Wartezeit	1 s
Schrittweite	0,005 mL
Vortitration	aus
Polarisationsspannung	100 mV
Max. Titrationsdauer	600 s
Min. Titrationsdauer	60 s
Max. Titrationsvolumen	50 mL
Drift	100 µg/min
Endpunkt	20.0 µA
Delta Endpunkt	3.0 µA
Endpunktsverzögerung	10 s
Dosiergeschwindigkeit	30%

Für 2-Komponenten Reagenzien eignet sich die Standardmethode „Sample 2-Comp.“:

Standardmethode	Sample 2-Comp.
Methodentyp	Automatische Titration
Modus	KF
Konditionierung	An
Extraktionszeit	10 s
Feste Wartezeit	0 s
Schrittweite	0,004 mL
Vortitration	aus
Polarisationsspannung	100 mV
Max. Titrationsdauer	600 s
Min. Titrationsdauer	60 s
Max. Titrationsvolumen	50 mL
Drift	50 µg/min
Endpunkt	20.0 µA
Delta Endpunkt	18.0 µA
Endpunktsverzögerung	10 s
Dosiergeschwindigkeit	30%

Berechnung:

$$Wasser [\%] = \frac{(EP - B) * T * M * F1}{W * F2}$$

B	0	Blindwert
EP		Verbrauch des Titrationsmittels
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	1	Molekulargewicht
W	man	Einwaage [g]
F1	0.1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

Die Berechnung erfolgt hier als % Wasser. Für andere Einheiten muss ggf. F1 angepasst werden.