

Titerbestimmung bei der Karl Fischer Titration

Beschreibung

Dieser Applikationsbericht beschreibt das allgemeine Verfahren zur Titerbestimmung bei der Karl Fischer Titration mit Ein- oder zwei-Komponenten-Systemen.

Beschrieben werden drei Verfahren: Die Verwendung von einem flüssigem Standard, einem festen Standard (di-Natriumtartrat-dihydrat) und reinem Wasser.

Empfehlenswert ist die Verwendung eines flüssigen Standards, da dieser mit einer Spritze am einfachsten und genauesten in das Titriergefäß einzubringen ist.

Eher abzuraten ist von der Verwendung von reinem Wasser als Standard: Hiervon werden nur geringste Mengen benötigt, die schwierig genau abzuwiegen und ins Titriergefäß zu bringen sind. Selbst kleine Wägefehler führen hier zu sehr großen Fehlern im Bereich von mehreren %.

Der Titer ist im Allgemeinen eine dimensionslose Zahl von etwa 1 zum Korrigieren der angegebenen Konzentration. Abweichend davon beschreibt der Begriff "Titer" bei der Karl Fischer Titration die exakte Konzentration des Titriermittels in mg(H₂O)/ml(Titriermittel) und nicht den dimensionslosen Faktor. Die am häufigsten verwendeten Titriermittel sind 2 bzw. 5 mg/ml.

Geräte

Titратор	TL 7500 KF oder höher
Wechselaufsatz	WA 10
Elektrode	KF 1100
Titriergefäß	Karl Fischer Titriergefäß TZ 1770
Rührer	Titrierstand TM 235 KF
Laborgeräte	Spritzen 5 oder 10ml mit Kanüle 0.7 x 70 mm
	Mikroliterspritze 20 oder 50 µl
	Wägeschiffchen

Reagenzien

1	KF Titrierlösung, z.B. Hydranal Composite (Ein-Komponenten-System) oder Hydranal Titrant (Zwei-Komponenten-System)
2	Lösemittel für Karl-Fischer-Titration, Ein-Komponenten-System, z.B. Hydranal Methanol rapid o.ä.
3	Lösemittel für Karl-Fischer-Titration, Zwei-Komponenten-System, z.B. Hydranal Solvent o.ä.
4	Flüssiger Standard in Ampullen, 10 mg/g (1%)
5	di-Natriumtartrat-dihydrat Referenzmaterial
6	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

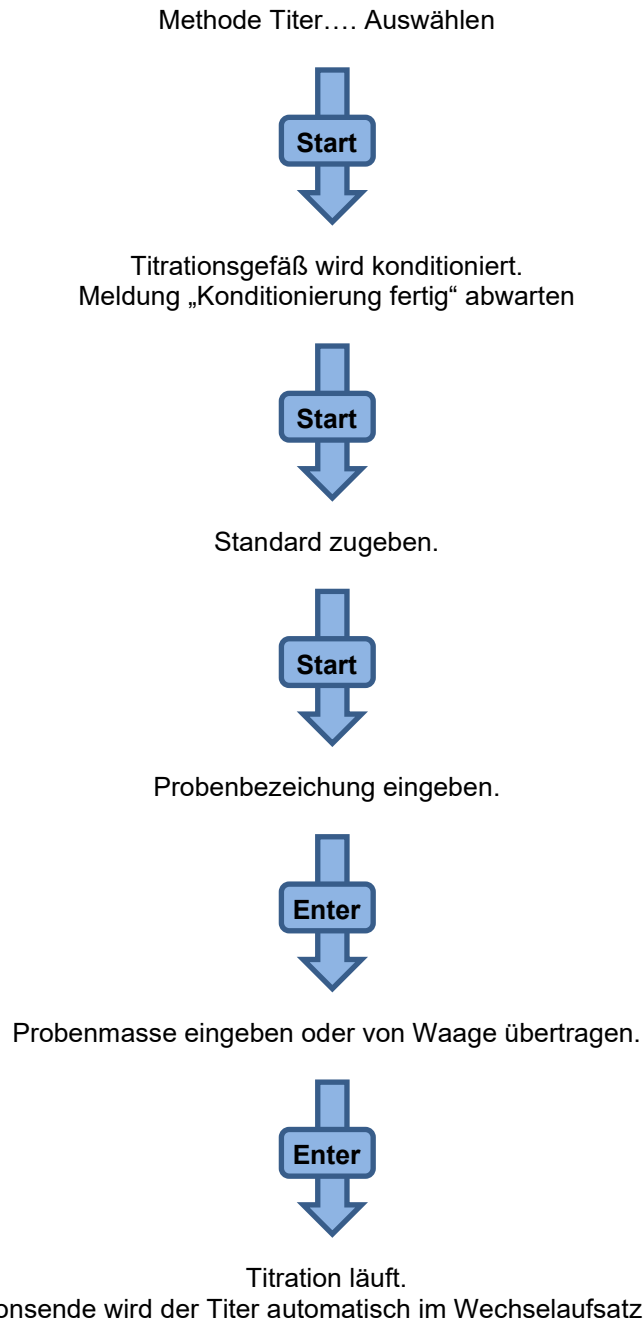
Durchführung der Titration

Reagenzien

Wasserstandard 10 mg/g oder 1% in Ampullen wird verwendet wie geliefert.

Di-Natriumtartrat-dihydrat Referenzmaterial wird getrocknet, wie im entsprechenden Analysezertifikat beschrieben.

Grundlegender Ablauf



Eine Mehrfachbestimmung ist empfehlenswert. Voreingestellt ist in den Methoden zur Titerbestimmung eine 3-Fach Bestimmung.

Probenvorbereitung flüssiger Standard 10 mg/g oder 1%

Ausgewählt wird die Methode Titer 1-comp (liq. st.) bzw. Titer 2-comp (liq. st.). In der Berechnungsformel wird als Faktor F2 der Wassergehalt des Standards (laut Zertifikat, in mg/g) eingetragen (voreingestellt ist 10,00).

Der große Vorteil des flüssigen Standards 10 mg/g liegt in der einfachen Zugabe mit einer Spritze, der guten Löslichkeit im KF-Reagenz und der gut handhabbaren Einwaage. Auch gelangt praktisch kein Wasser aus der Luft ins Titriergefäß, da dieses zur Zugabe des Standards nicht geöffnet werden muss.

Die Menge des flüssigen Standards hängt von der Größe der Bürette und der Konzentration der KF-Lösung ab. Die Menge sollte so gewählt werden, dass etwa die Hälfte des Bürettenvolumens verbraucht wird. Am gebräuchlichsten ist die 10 ml Bürette. Die erforderliche Menge Standard 10mg/g kann nach dieser Faustregel abgeschätzt werden:

$$W [g] = 0.5 * \text{Konzentration}[mg/ml]$$

Der Flüssige Wasser-Standard wird mit einer Spritze durch ein Septum ins Titrationsgefäß injiziert. Die Ampulle wird geöffnet und die Spritze mit Kanüle mit ca. 1 ml Standard gespült. Der Rest des Standards aus der Ampulle wird komplett in die Spritze gezogen. Die Spritze wird auf eine Waage gestellt und tariert. Nachdem die Konditionierung beendet ist, wird die benötigte Menge Standard durch das Septum ins Titrationsgefäß gespritzt und die Spritze zurückgewogen. Mit einer Ampulle Standard können mehrere Titrationen durchgeführt werden.

Probenvorbereitung fester Standard

Ausgewählt wird die Methode Titer 1-comp (solid st.) bzw. Titer 2-comp (solid st.). In der Berechnungsformel wird als Faktor F2 der Wassergehalt des Standards (laut Zertifikat, in mg/g) eingetragen (voreingestellt ist 156,6).

Di-Natriumtartrat-dihydrat ist in Methanol nur begrenzt löslich. Beim Arbeiten mit festem Standard muss darauf geachtet werden, dass sich der Standard komplett im KF-Reagenz löst. Da die Kristalle des Standards farblos sind, ist nur schwierig erkennbar, ob alles gelöst ist. Gegebenenfalls muss eine höhere Extraktionszeit eingestellt werden.

Die Menge des festen Standards di-Natriumtartrat-dihydrat hängt von der Größe der Bürette und der Konzentration der KF-Lösung ab. Die Menge sollte so gewählt werden, dass etwa die Hälfte des Bürettenvolumens verbraucht wird. Am gebräuchlichsten ist die 10 ml Bürette. Die erforderliche Menge di-Natriumtartrat-dihydrat kann nach dieser Faustregel abgeschätzt werden:

$$W [g] = 0.05 * \text{Konzentration}[mg/ml]$$

Der Standard wird in ein Wägeschiffchen eingewogen, die Waage anschließend mit Wägeschiffchen und Standard tariert. Nachdem die Konditionierung beendet ist, wird der Standard ins Titrationsgefäß gegeben (hierzu muss das Septum entfernt werden) und das Wägeschiffchen zurückgewogen.

Probenvorbereitung Wasser

Ausgewählt wird die Methode Titer 1-comp (water st.) bzw. Titer 2-comp (water st.).

Der große Nachteil dieser Methode ist die geringe Menge Wasser, die benötigt wird. Selbst kleine Wägefehler führen hier zu sehr großen Fehlern. Die Titerbestimmung mit Wasser sollte nur durch sehr erfahrenes Personal durchgeführt werden!

Die Menge des reinen Wassers hängt von der Größe der Bürette und der Konzentration der KF-Lösung ab. Die Menge sollte so gewählt werden, dass etwa die Hälfte des Bürettenvolumens verbraucht wird. Am gebräuchlichsten ist die 10 ml Bürette. Die erforderliche Menge Wasser kann nach dieser Faustregel abgeschätzt werden:

$$W [g] = 0.005 * \text{Konzentration}[mg/ml]$$

Das Wasser wird in eine Mikroliterspritze aufgezogen. Die Spritze wird auf eine Waage gestellt und tariert. Anschließend wird die Titration gestartet. Nachdem die Start-Drift erreicht ist, wird das Wasser durch das Septum ins Titrationsgefäß gespritzt und die Spritze zurückgewogen.

Die Dosierung des Wasserstandards kann auch direkt mit einer kalibrierten Mikroliterspritze nach Volumen erfolgen.

Titrationparameter

In den Titratoren TitroLine 7500 KF, TitroLine 7750 und TitroLine 7800 sind 6 verschiedene Methoden für die Titerbestimmung bei der KF-Titration gespeichert.

Methode	Geeignet für
Titer 1-comp (liq. st.)	1-Komponenten-System, flüssiger Standard 10 mg/g
Titer 1-comp (solid st.)	1-Komponenten-System, fester Standard
Titer 1-comp (water st.)	1-Komponenten-System, reines Wasser
Titer 2-comp (liq. st.)	2-Komponenten-System, flüssiger Standard 10 mg/g
Titer 2-comp (solid st.)	2-Komponenten-System, fester Standard
Titer 2-comp (water st.)	2-Komponenten-System, reines Wasser

Diese Methoden sind für ihren Anwendungszweck optimiert und sollten nicht verändert werden. Das Ergebnis der Titerbestimmung wird jeweils in mg/ml direkt im Wechselaufsatz gespeichert.