KF-Titration mit Ofen TO 7280

Beschreibung

Die indirekte coulometrische Karl Fischer Titration mit dem Headspace-Ofen TO7280 ist für viele Proben geeignet. Auch der Wassergehalt von festen Proben oder Proben, die wegen Nebenreaktionen nicht direkt titriert werden können, lässt sich so bestimmen.
Der generelle Ablauf: Die Probe wird in ein Vial gegeben und dieses verschlossen. Das Wasser wird ausgeheizt und durch ein Trägergas in die Titrierzelle überführt und dort titriert.
Bei welcher Temperatur das Wasser ausgeheizt wird, hängt von der Probe ab: Die Temperatur muss so hoch gewählt werden, dass das Wasser komplett aus der Probe freigesetzt wird. Allerdings darf die Temperatur nicht zu hoch sein: manche Proben zersetzen sich bei hohen Temperaturen.
Beim Trägergas hat man die Wahl zwischen Luft (über die im TM 235 TO eingebaute Membranpumpe) oder, für empfindliche Proben, einem inerten Gas (z.B. Stickstoff).
Die Hintergrunddrift des kompletten Systems wird mit dem 0-Vial bestimmt.
Der Blindwert, also der Wassergehalt eines leeren Vials, muss für genaue Ergebnisse bestimmt werden. Je nach Luftfeuchtigkeit liegt der Blindwert der 5ml – Vials bei ca. 40µg bis über 100µg!
Für Proben, die ein kleines Volumen bei hohem Wassergehalt haben, kann das Volumen der Probe vernachlässigt werden. Für Proben mit sehr niedrigem Wassergehalt (wenige ppm), wie z.B. Isolierölen, muss das Volumen der Probe mitberücksichtigt und der Blindwert korrigiert werden.

Geräte

Titrator	TL 7500 KF trace M6
Ofen	TO 7280
Generatorelektrode	TZ 1752 (ohne Diaphragma)
Elektrode	KF 1150
Vials	TZ 3988
Titrierzelle	TZ 1754

Reagenzien

1	Reagenz für Generatorzelle ohne Diaphragma, für Ofenbetrieb geeignet
2	Molekularsieb, getrocknet

Durchführung der Titration

Reagenzien

Karl-Fischer Reagenzien sind als fertige Lösung erhältlich.
Das Molekularsieb muss regelmäßig ausgetauscht oder getrocknet werden, spätestens alle 4 Wochen oder wenn die Hintergrunddrift nichtmehr unter 15µg/min fällt.

Reinigung und Handhabung der Elektrode KF 1150

Die Elektrode KF 1150 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.

Reinigung und Handhabung der Generatorelektrode

Die Elektrode TZ 1752 benötigt keine spezielle Behandlung.
Das Platinnetz darf nicht mechanisch belastet oder gebogen werden. Zur Reinigung eignet sich z.B. Isopropanol und andere Lösemittel, die Glas und Platin nicht angreifen.

Vorbereitung der Titrierzelle

Die Titrierzelle wird mit ca. 140 ml KF Reagenz gefüllt und der Titrator eingeschaltet. Es wird eine Methode mit Headspace-Ofen ausgewählt oder die Ofen-Steuerung aktiviert. Die Zelle wird automatisch trocken titriert und ist bereit, wenn die Drift konstant unter 15µg/min liegt.

Vorbereitung der Vials

Die Vials und Bördelkappen sollten sich im Gleichgewicht mit der Laborluft befinden. Besonders unterschiedliche Temperaturen zwischen Vial und Laborluft führen zu falschen oder stark schwankenden Blindwerten. Auch ein vorheriges Trocknen im Trockenschrank oder Atemluft im Vial führen zu stark schwankenden Blindwerten! Am besten platziert man Vials und Bördelkappen einige Stunden vor Arbeitsbeginn dort, wo die Probe in das Vial eingewogen wird (also neben der Waage).
Die Vials für den Blindwert müssen exakt so behandelt werden wie die Vials für die Probe und auch möglichst zur gleichen Zeit verschlossen werden.
Ein weiteres leeres Vial wird verschlossen und als 0-Vial verwendet.

Die richtige Temperatur

Die richtige Ofentemperatur hängt stark von der Probe ab. Die Temperatur muss so hoch gewählt werden, dass das komplette Wasser der Probe schnell ausgeheizt wird. Sie darf allerdings nicht so hoch sein, dass sich die Probe zersetzt. Meist findet man die geeignete Temperatur im Bereich von 100 – 160°C.

Hintergrund-Drift

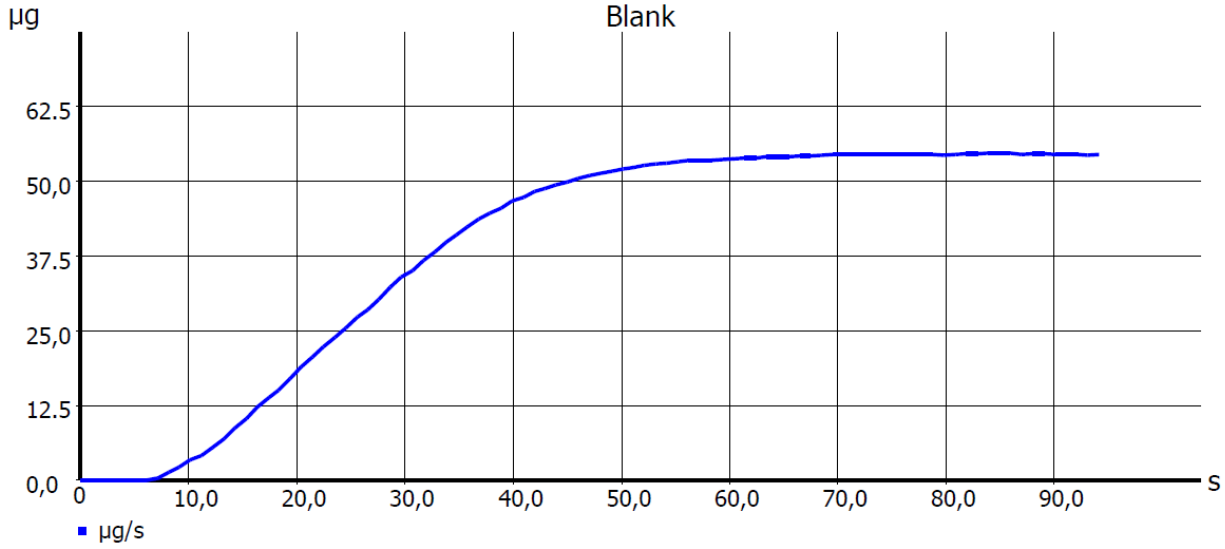
Das 0-Vial wird in den Ofen gestellt und die Methode gestartet. Die Gaszufuhr wird am Flowmeter auf ca. 0,1 L/min eingestellt. Die Hintergrunddrift wird jetzt bestimmt. Die Probenmethode lässt sich starten, sobald alle Startkriterien (Temperatur, Startdrift, Δ) erfüllt sind.
Es ist ausreichend, die Hintergrunddrift am Anfang einer Messreihe mit gleicher Methode zu bestimmen.

Blindwert

Der Blindwert sollte mindestens als 3-fach Bestimmung durchgeführt werden. Für den Blindwert müssen die gleichen Titrationsparameter wie für die Probentitration verwendet werden. Die Gaszufuhr sollte ca. 0,1 L/min betragen.

Die leeren Vials werden mit der Bördelkappe verschlossen. Die Vials für den Blindwert müssen exakt so behandelt werden wie die Vials für die Probe und auch möglichst zur gleichen Zeit verschlossen werden. Am besten verschließt man abwechselnd Vials mit Probe und Vials für den Blindwert.

Titrationsparameter Blindwert



Standardmethode	With Headspace Blank
Methodentyp	Automatische Titration
Modus	Coulometrie
Start Drift	15
Start Drift Toleranz	0,3 µg/min
Start Drift Toleranz Intervall	20 s
Stop Drift Delta	5
Stop Drift Tolerance	0,02
Min. Titrationsdauer	90 s
Max. Titrationsdauer	1200 s
Endpunktsverzögerung	5 s
Arbeitspunkt	300 mV
Kontrollfaktor	4
Ofen	
Ofentemperatur	150°C*
Ofentemperatur Delta	0,5 °C
Gasversorgung	Pumpe
Automatische Lüfterkontrolle	Ein
0-Vial Intervall**	Never
0-Vial bei Methodenwechsel**	Ja

*Oder eine andere, geeignete Temperatur **nur mit TitriSoft

Berechnung:

$$B\ [\mu g] = \mu g \quad \rightarrow \text{M01}$$

µg		Absoluter Wassergehalt in µg

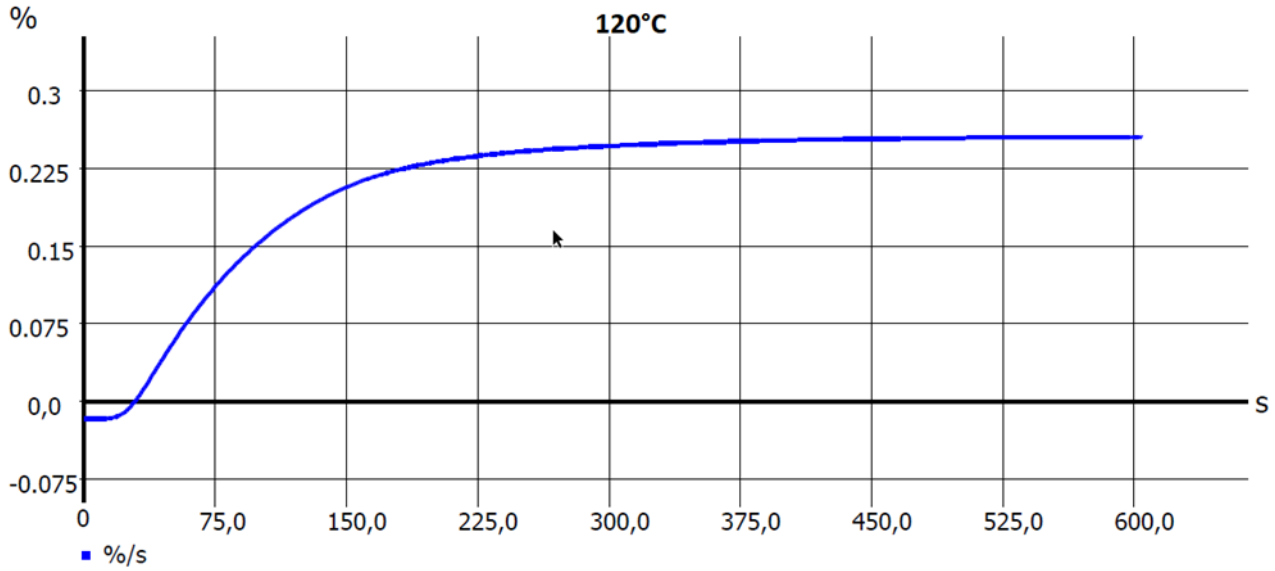
Die Bestimmung des Blindwertes sollte mindestens als 3-fach Bestimmung durchgeführt und der Mittelwert berechnet werden. Der Blindwert wird in einem globalen Speicher gespeichert.

Probenvorbereitung

Die Probe wird in ein Vial eingewogen und das Vial mit der Bördelkappe verschlossen.

Die Probenmenge sollte so gewählt werden, dass sich nicht mehr als ca. 10 mg Wasser darin befinden – die Titrationsdauer wird sonst unnötig lang. Bei Proben mit sehr geringen Wassergehalten wird eine möglichst große Probenmenge verwendet, das Volumen sollte allerdings ca. 4,5 mL nicht überschreiten. Bei flüssigen Proben sollte die Probenmenge so groß sein, dass die Nadel in die Probe eintaucht.

Titrationsparameter



Für die KF-Titration sollten zu den verwendeten Reagenzien passende Methodenparameter gewählt werden. Die Gaszufuhr sollte ca. 0,1 L/min betragen.

Standardmethode	With Headspace ppm
Methodentyp	Automatische Titration
Modus	Coulometrie
Start Drift	15
Start Drift Toleranz	0,3 µg/min
Start Drift Toleranz Intervall	20 µg/min
Stop Drift Delta	5
Stop Drift Tolerance	0,02
Min. Titrationsdauer	90 s
Max. Titrationsdauer	1200 s
Endpunktsverzögerung	5 s
Arbeitspunkt	300 mV
Kontrollfaktor	4
Ofen	
Ofentemperatur	150°C
Ofentemperatur Delta	0,5 °C
Gasversorgung	Pumpe
Automatische Lüfterkontrolle	Ein
0-Vial Intervall*	Never
0-Vial bei Methodenwechsel*	Ja

*nur mit TitriSoft

Berechnung:

$$Wasser\ [ppm] = \frac{(\mu g - B) * M * F1}{W * F2}$$

B	M01	Blindwert in µg, aus globalem Speicher M01
µg		Absoluter Wassergehalt in µg
M	1	Molekulargewicht
W	man	Einwaage [g]
F1	1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

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

Hinweis:
Das Ofensystem sollte regelmäßig durch Titration eines geeigneten Standards überprüft werden. Geeignete Standards sind z.B. Lactose-Standards mit ca. 5% Wasser, die bei 150 – 160°C verwendet werden. Die Wiederfindungsrate sollte bei 100 ± 5 % liegen und die Standardabweichung (RSD) <1.5 % sein.

Fragen? Bitte kontaktieren Sie unser Applikationsteam:

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG, SI Analytics
Hattenbergstraße 10
D-55122 Mainz, Germany
Telefon: + 49 6131 66 5126
Fax: + 49 6131 66 5101
E-Mail: titration@si-analytics.com

SI Analytics
a xylem brand

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG · Hattenbergstr. 10 · D-55122 Mainz · Germany Telefon: +49 6131.66. 5111 · E-Mail: Info.si-analytics@Xyleminc.com · **www.si-analytics.com**

Alle Namen sind eingetragene Handelsnamen oder Warenzeichen der Xylem Inc. oder eines seiner Tochterunternehmen. Technische Änderungen vorbehalten.
© 2018 Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG.