# Bestimmung von Wasser in Tinte

## Beschreibung

Tinte für Kugelschreiber besteht aus hoch siedenden Lösemitteln (oft Glycole) und Farbstoffen. Diese Tinten sind gut in Alkoholen und KF Reagenzien löslich.
In dieser Applikation werden zur Bestimmung des Wassergehaltes 2 – Komponenten Reagenzien verwendet. Die Verwendung von 1-Komponenten Reagenzien ist ebenfalls möglich, wenn die entsprechenden Titrationsparameter verwendet werden.
Diese Applikation ist auch für viele andere flüssige, leicht in Alkoholen lösliche Proben anwendbar.

## Geräte

| | |
|---|---|
| Titrator | 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 | Hydranal Titrant 5 oder ein ähnliches Reagenz |
| 2 | Hydranal Solvent E 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 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.

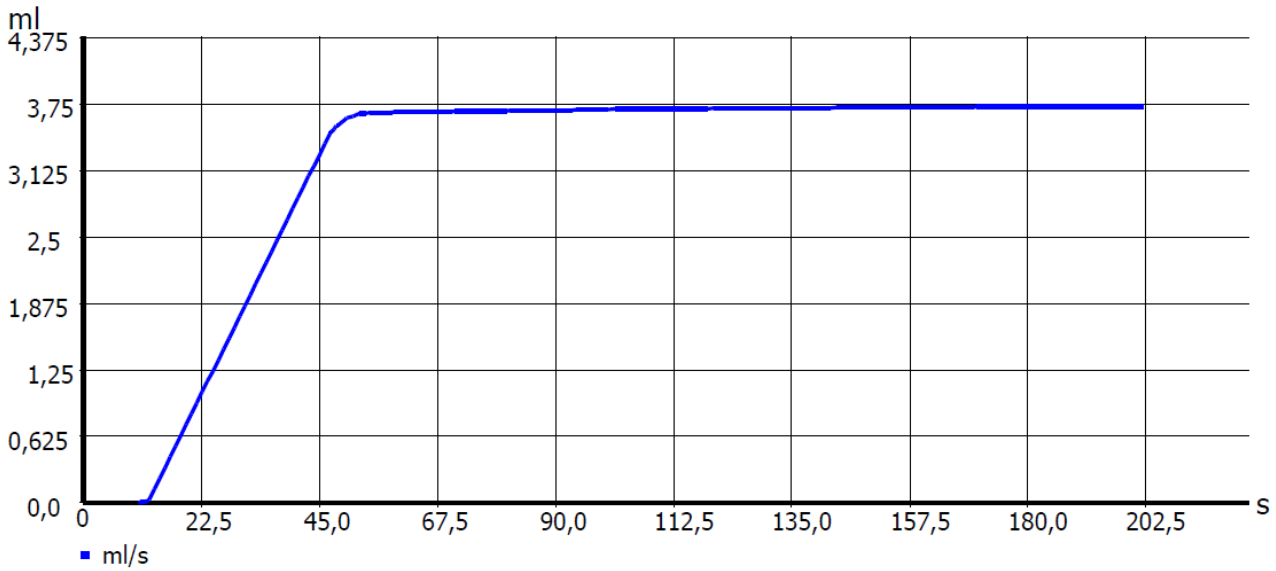
### Probenvorbereitung

Die Titrierzelle wird mit ca. 30 ml Solvent gefüllt und die Konditionierung gestartet. Das Solvent kann für mehrere Titrationen 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:

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



## Titrationsparameter

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 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% |

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% |

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.

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



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.