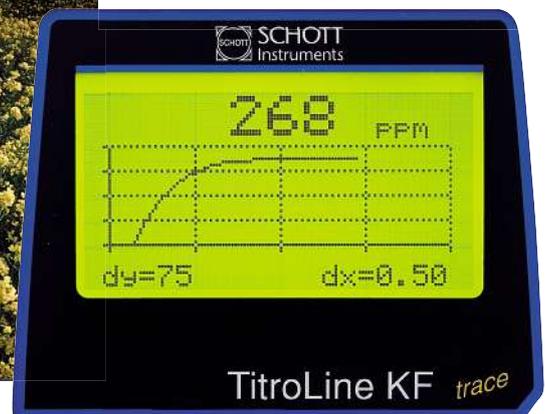


Kleinsten Wassermengen auf der Spur



Die Karl-Fischer-Titration gilt aufgrund ihrer hohen Selektivität als wichtigste Methode zur Bestimmung des Wassergehaltes. In fast allen Industriezweigen, z.B. der chemischen, petrochemischen, pharmazeutischen oder Lebensmittelindustrie, kommt das Verfahren routinemäßig zur Anwendung. Eine Vielzahl von ASTM-, ISO- und DIN-Normen, aber auch Vorschriften aus den europäischen und US-amerikanischen Arzneibüchern (USP) schreiben sie als Methode vor.



1 Der Wassergehalt lässt sich in Form einer Kurve auf dem Display darstellen.

STEFAN KAUS*

Eine etablierte Methode für die analytische Wasserbestimmung ist die Karl-Fischer-Titration (KF-Titration). Man unterscheidet zwischen der volumetrischen und der coulometrischen KF-Titration.

Die beiden Methoden unterscheiden sich hauptsächlich in der Art der Dosierung des Titrationsreagenzes Iod, das unter bestimmten Bedingungen stöchiometrisch mit Wasser reagiert. Bei der volumetrischen Titration wird das in Alkohol gelöste Iod durch eine hochgenaue Kolbenbürette zu-

dosiert. Bei der Coulometrie wird das Iod elektrochemisch durch eine Generatorelektrode in einer iodidhaltigen Lösung erzeugt. Abbildung 2 zeigt das Schema eines solchen Systems.

Funktionsprinzip

Die elektrochemische Erzeugung basiert auf dem Faradayschen Gesetz, wobei 1 Mol erzeugtes Iod 96485 AS (Ladungsmenge, Coulomb; daher die Bezeichnung Coulometrie) entsprechen. Der in AS gemessene Strom entspricht exakt dem Wassergehalt der zugegebenen Probe.

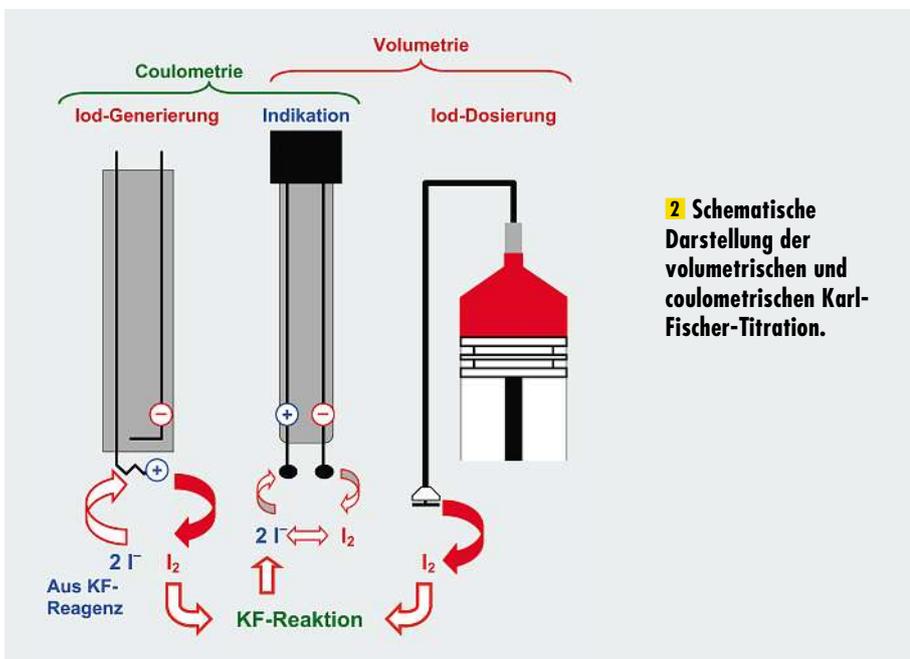
Die Detektion des Titrationsendes ist bei beiden Methoden identisch. Bei der cou-

lometrischen KF-Titration handelt es sich um eine Absolutmethode, bei der das Überprüfen des Titrationsreagenzes entfällt. Eine Titerbestimmung ist nicht notwendig, wäre aber aufgrund des apparativen Aufbaus auch nicht möglich.

Ein weiterer Vorteil der Coulometrie ist die niedrigere Nachweisgrenze. Absolutwerte von 10 Mikrogramm oder Konzentrationen von 1 ppm Wasser sind noch nachweisbar. Durch den Einsatz geringerer Probenmengen kann man bis zu einer Woche mit dem gleichen Reagenz arbeiten, bevor es erneuert werden muss.

Da Feststoffe in der Regel nicht direkt zugegeben werden können, wird deren

*S. Kaus, SCHOTT Instruments GmbH,
55122 Mainz,
Tel. +49 (0) 6131 / 6651 11



2 Schematische Darstellung der volumetrischen und coulometrischen Karl-Fischer-Titration.

Wasser extern extrahiert oder über einen Ausheizofen freigesetzt und automatisch in das Titrationsgefäß überführt. Bei Kunststoffproben wie Polyethylen oder Polypropylen sowie bei Ölproben mit Additiven ist die Benutzung eines Ausheizofens vorgeschrieben.

Die Volumetrie ist in der Verwendung der Lösungsmittel flexibler und kann einen weiteren Bereich von 0,01 Prozent bis 100 Prozent Wasser abdecken. Bei Wassergehalten von mehr als fünf Prozent ist die Coulometrie vergleichsweise aufwändig. Sehr kleine Probenmengen sind erforderlich,

damit die Titrationszeiten nicht zu lang ausfallen. Die bei vielen Herstellern angegebenen maximalen Absolutwerte von 100 oder 200 Milligramm sind hierbei wohl eher theoretischer Natur. Bei einer Messgeschwindigkeit von etwa 2 Milligramm Wasser pro Minute würde der Titrator bis zu 100 Minuten benötigen.

Zwar ist die volumetrische KF-Titration als universell einsetzbare Methode weiter verbreitet, jedoch hat die Coulometrie in den letzten Jahren stark an Bedeutung gewonnen. Dies liegt nicht zuletzt an ihrer einfacheren Handhabung und Bedienung.

Einfache Bedienung

Schott Instruments stellt seit fast 30 Jahren Kolbenbüretten und Titratoren her. Von Anfang an stand bei der Entwicklung die einfache Bedienung im Fokus, auch wenn es sich teilweise um sehr komplexe Geräte handelte. Mit dem neuen Titroline KF trace steht ein Karl-Fischer-Titrator zur Verfügung, der auf einfache Handhabung ausgelegt ist. Ziel von Schott Instruments war es, einen Titrator zu entwickeln, mit

```

* Methode 01 *
Start <Start>
Auswahl: <Mode>
Edit Paramater <F2>

Wasser 0 ppm
Mw. 0 ppm
Drift µg/min
    
```

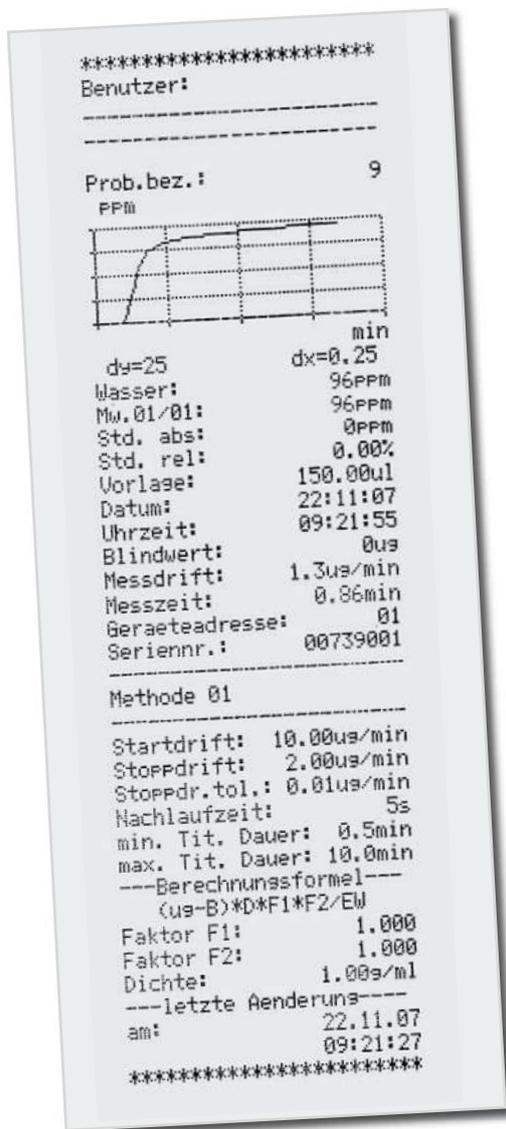
```

* Methode 01 *
Vorlage/Einwaage
Ergebnis
Dokumentation
Titrationsparameter
Auswahl < >
Enter<F1> ESC<F4>
    
```

```

* Methode 01 *
* Dokumentation *
kurz
Standard (mit Kurve)
GLP
nur Display
Auswahl < >
Enter<F1> ESC<F4>
    
```

4 Die Parametrierung ist einfach und erfolgt menügeführt.



dem der Anwender praktisch ohne Vorkenntnisse coulometrische KF-Titrationen durchführen kann. Nach dem Einschalten des Gerätes muss bei jeder neuen Probe nur noch auf den Startknopf gedrückt werden. Eine zeitraubende Programmierung von Methoden entfällt.

Versuchsdurchführung

Die Messung ist denkbar einfach: Nach dem Aufbau des Titrators werden die speziellen KF-Reagenzien in das Titrationsgefäß gefüllt, bei einer Generatorelektrode mit Diaphragma auch in die Generator-elektrode. Das Gerät beginnt sofort zu arbeiten. Die noch vorhandene Feuchtigkeit des KF-Reagenzes und des Titrationsgefäßes werden durch die automatische Konditionierung sofort beseitigt. Wenn die Drift nach einigen Minuten unter 10 Mikrogramm pro Minute gefallen ist, kann die erste Probe titriert werden. Nachdem die flüssige Probe durch das Septum eingespritzt wurde, lässt sich der Wassergehalt in Abhängigkeit der Zeit als Kurve auf dem Display verfolgen (s. Abb. 1). Das Ergebnis erscheint nach etwa ein bis zwei Minuten. Zusätzlich kann es auf dem angeschlossenen Drucker ausgegeben wer-

den. Für den Ausdruck stehen die Optionen „Kurz“, „Standard mit Kurve“ und „GLP“ zur Verfügung. Bei der GLP-Ausgabe werden neben der Titrationskurve, Ergebnis, Datum, Uhrzeit, Probenbezeichnung, sowie Probeneinwaage oder Probenvolumen aller Titrationsparameter inklusive der Berechnungsformel ausgegeben (s. Abb. 3).

In den meisten Fällen ist eine Veränderung der vorbelegten Titrationsparameter der zehn Methoden, z.B. der Start- oder der Stoppdrift, nicht notwendig. Sollte dies doch erforder-

lich sein, nimmt die Eingabe nur wenige Sekunden in Anspruch. Die klar strukturierte Bedienoberfläche ermöglicht ein schnelles und einfaches Navigieren. Bei Bedarf kann

die Methodenparametrierung durch ein Passwort geschützt werden (s. Abb. 4).

Für die Kommunikation mit einem PC verfügt der Titroline KF trace über eine serielle und über eine USB-Schnittstelle. Neben einem Drucker oder PC kann eine Analysenwaage zur automatischen Übernahme von Einwaagen und eine PC-Tastatur zur Eingabe alphanumerischer Probenbezeichnungen angeschlossen werden. Optional ist ein Titrierstand mit Pumpe erhältlich, der die Zugabe und das Absaugen der KF-Reagenzien erleichtert. **LP**

laborpraxis.de

- Hier erfahren Sie mehr über den Karl-Fischer-Titrator Titroline KF trace
- Die Titratoren und Büretten von Schott im Überblick
- Der direkte Kontakt zum Autor

Zusätzliche Informationen unter www.laborpraxis.de **InfoClick** 242244

3 Die GLP-Dokumentation enthält alle erforderlichen Angaben.

Analytica: Halle A1, Stand 203/304