Application Note AN-K-068

Wassergehaltsbestimmung und Säure-Base-Titration parallel

Zuverlässige und reproduzierbare Wassergehaltsbestimmung parallel zu einer wässrigen potentiometrischen Titration

Die Wassergehaltsbestimmung mittels volumetrischer Karl-Fischer-Titration ist eine der wichtigsten Analysen weltweit. Mit dem aus einem OMNIS Titrator und einem OMNIS Sample Robot bestehenden OMNIS-System kann eine vollautomatische Analyse des Wassergehalts verschiedener Produkte und Matrices durchgeführt werden. Der OMNIS Sample Robot kann mehrere verschiedene Titrationen parallel durchführen.

In dieser Application Note stellen wir die Resultate einer volumetrischen Karl-Fischer-Titration vor, die parallel zu einer wässrigen Säure-Base-Titration mit dem gleichen System vorgenommen wurde. Der Wassergehalt wird durch die parallel laufende wässrige Titration nicht beeinträchtigt, was die Kombination von potentiometrischen Titrationen und Karl-Fischer-Titrationen auf dem gleichen automatisierten System ermöglicht.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Diese Anwendung wird an zertifiziertem Natriumtartrat-Dihydrat mit einem Wassergehalt von 15,71 % ± 0,07 % demonstriert. Es ist keine Probenvorbereitung erforderlich.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Bestimmungen werden auf einem automatisierten System durchgeführt, bestehend aus einem OMNIS Sample Robot S mit Dis-Cover-Funktionalität, einem OMNIS Dosing Module und einem OMNIS Professional Titrator (ausgestattet mit einer doppelten Pt-Draht-Elektrode für automatisierte Systeme für KFT und einer dEcotrode plus für Säure-Base-Titration).

Die Probe wird in den Probenbecher eingewogen, dieser wird dann mit dem DIS-Abdeckdeckel abgedeckt und auf das Gestell gestellt. Der OMNIS Sample Robot bringt das Becherglas automatisch zum Arbeitsplatz und entnimmt es kurz vor der Analyse. Ein Lösungsmittelgemisch bestehend aus Methanol, Imidazol und Schwefeldioxid wird automatisch zugegeben und die Probe mit einem Einkomponenten-Titriermittel bis zum Endpunkt titriert.

Parallel dazu wurde eine wässrige Säure-Base-Titration an einer zweiten Arbeitsstation auf demselben OMNIS Sample Robot durchgeführt.

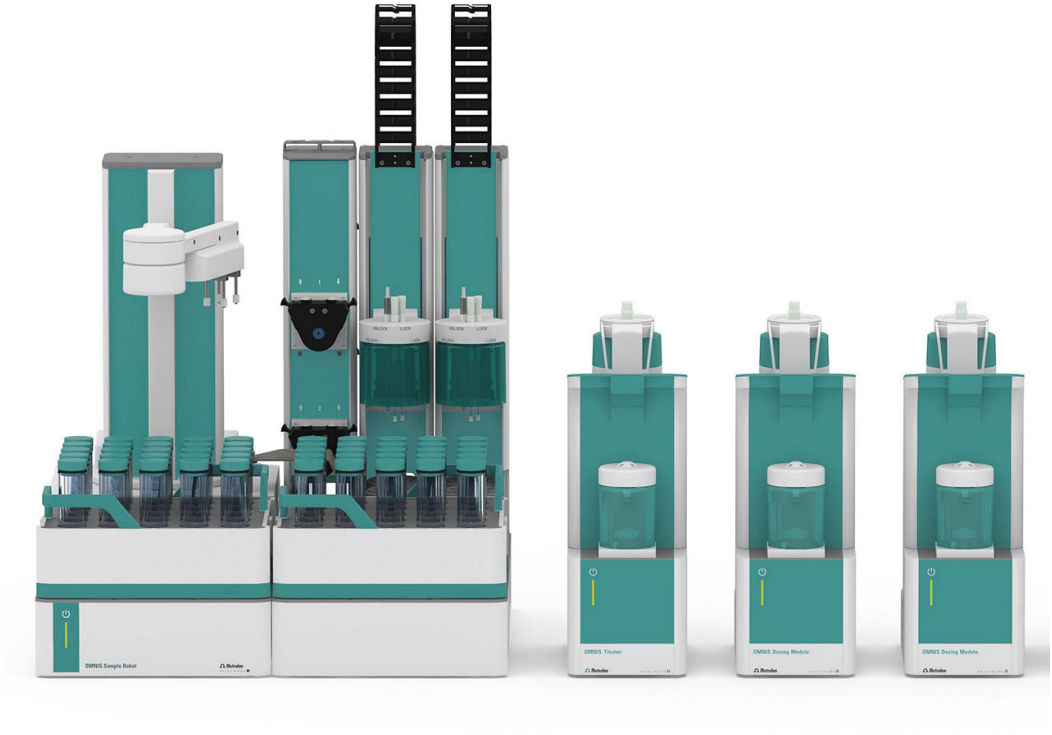


Abbildung 1. Automatisiertes OMNIS-System für die parallele volumetrische Karl-Fischer-Titration und wässrige Säure-Base-Titration, bestehend aus einem OMNIS-Probenroboter, einem OMNIS-Dosiermodul und einem OMNIS-Titrator Professional, ausgestattet mit einer Pt-Drahtelektrode für automatisierte Systeme und einer dEcotrode plus.

ERGEBNISSE

Da der Fokus auf der Reproduzierbarkeit der KF-Ergebnisse bei paralleler Säure-Base-Titration liegt, stellen wir hier nur die KFT-Ergebnisse vor. Es werden reproduzierbare Ergebnisse für den Wassergehalt erhalten. Für das getestete Natriumtartrat-Dihydrat wird ein Wassergehalt von 15,67 % (n = 6, SD(rel) = 0,3 %) ermittelt, was deutlich innerhalb des angegebenen zertifizierten Wassergehalts liegt.

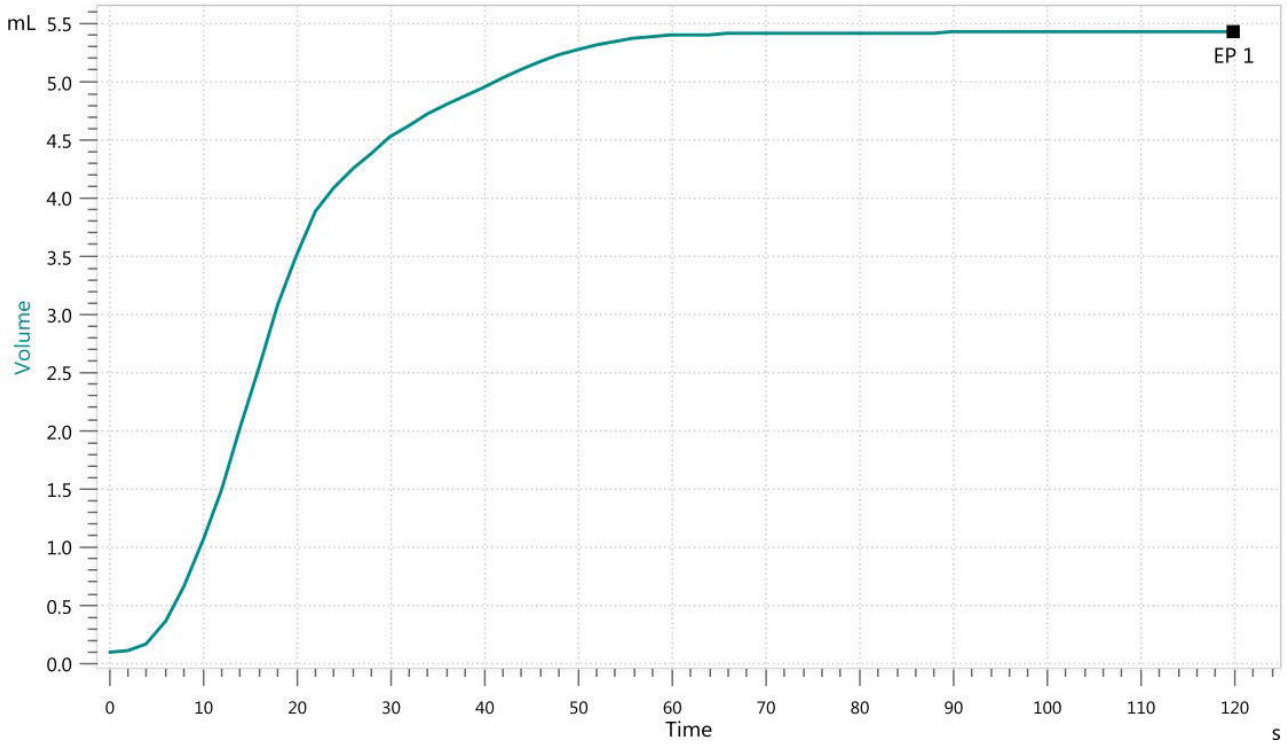


Abbildung 2. Titrationskurve zur Bestimmung des Wassergehalts in Natriumtartrat-Dihydrat.

FAZIT

Die Karl-Fischer-Titration ist eine präzise und zuverlässige Methode zur Bestimmung des Wassergehalts einer Probe. Diese Studie zeigt, dass eine parallele Bestimmung des Wassergehalts neben der potentiometrischen wässrigen Säure-Base-Titration auf einem automatisierten OMNIS-System möglich ist. Die potentiometrische Bestimmung beeinträchtigt die Karl-Fischer-Titration nicht.
Eine zuverlässige Bestimmung des Wassergehalts ist möglich, während wässrige Titrationen parallel zur Karl-Fischer-Titration auf demselben OMNIS-System durchgeführt werden.

Internal reference: AW ISE CH-0180-122021

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien
office@metrohm.at

KONFIGURATION

Hauptmodul Pick and Place S

Hauptmodul für den Aufbau eines OMNIS Sample Robot Pick&Place in der Grösse S. Dieses Modul beinhaltet Modul- und Rackträger. Es ist bereits mit dem Hauptlift und einem Greifer ausgerüstet. Für den Ausbau zum funktionsfähigen Sample Robot werden neben Sample Racks und Greiferfingern auch Arbeitsstationen wie z.B. Pick&Place-Modul oder ein Pumpenmodul benötigt. Die Auswahl dieser Komponenten erfolgt entsprechend der Applikation.

Pick and Place-Modul

Modul für den Einbau in den Modulträger der OMNIS Sample Robots Pick&Place. Diese Arbeitsstation nimmt den Probenbecher für die Analyse auf. Zwischen den Analysen werden verwendete Sensoren im Aufbewahrungsbecher des Pick&Place-Modul gereinigt oder geparkt. Soll bei der Analyse gerührt werden, muss bei dieser Arbeitsstation ein separater Stabrührer verwendet werden.

Pumpenmodul Peristaltik (2-Kanal)

Modul für den Einbau in den Modulträger der OMNIS Sample Robots Pick&Place. Diese Arbeitsstation ist mit einer Spül- sowie einer Absaugpumpe ausgestattet. Sie werden verwendet um die Sensoren in einem Pick&Place-Modul zu reinigen und den Probenbecher nach der Analyse zu leeren bevor er wieder ins Rack zurück gesetzt wird.

OMNIS Rod Stirrer Sample Robot

Stabrührer zum direkten Anschluss an den OMNIS Sample Robot mit fix montiertem Kabel (2.5m).

OMNIS Professional Titrator ohne Rührer

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für die Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch). Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Rührer erweitert werden. Inklusive Funktionslizenz „Professional" für die parallele Titration mit weiteren Titrier- oder Dosiermodulen.

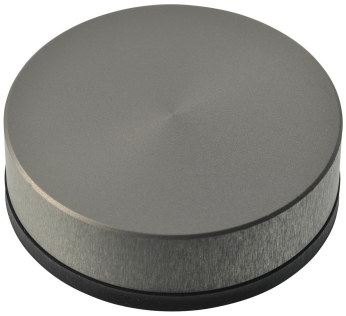
- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Erweiterbar mit Magnet- und/oder Stabrührer
- Verschiedene Zylindergrössen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

- Endpunkttitration: Funktionslizenz „Basic"
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced"
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch) mit 5-fach paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional"

OMNIS Dosing Module ohne Rührer

Dosiermodul zum Anschluss an einen OMNIS Titrator zur Erweiterung um eine zusätzliche Bürette für Titration/Dosierung. Erweiterbar mit einem Magnet- oder Stabrührer zur Verwendung als separater Titrierstand. Frei wählbare Zylindereinheit mit 5, 10, 20 oder 50 mL.



KF Dis-Cover Deckel für OMNIS Probenbecher 120 mL, 16 Stück

Deckel mit Dichtungen für die volumetrische Karl Fischer Titration in Probenbechern 6.01400.200, 6.01400.300 und 6.01400.303 im OMNIS Sample Robot Pick&Place System.

OMNIS Probenrack, 16 x 120 mL, (PP)

OMNIS Probenrack zu OMNIS Sample Robot Pick&Place passend für 16 Probenbecher. Folgende Probenbecher können verwendet werden: 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303.
Kunststoff: Polypropylen (PP)

Zylindereinheit OMNIS 20 mL

Intelligente Zylindereinheit 20 mL für einen OMNIS Titrator, Titration Module oder Dosing Module. Inklusive Dosierschläuchen und Antidiffusionsbürettenspitze.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Stand-Alone Lizenz

Ermöglicht den Stand-Alone Betrieb der OMNIS Software auf einem WindowsTM Computer.

Merkmale:

- Die Lizenz enthält bereits eine OMNIS Geräte Lizenz.
- Muss über das Metrohm Lizenzierungsportal aktiviert werden.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Stand-Alone: 1 Gerätelizenz

1 Gerätelizenz für den Betrieb eines weiteren OMNIS-Geräts für OMNIS Stand-Alone.

Folgende Geräte werden unterstützt:

- OMNIS-Geräte
- Metrohm-USB-Geräte
- RS-232 Geräte (z.B. Waage)

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Funktionslizenz KFT mit Konditionieren

Funktionslizenz für die volumetrische Karl-Fischer Titration mit Konditionieren für ein OMNIS Titrationssystem.

Doppel-Pt-Draht-Elektrode für Probenwechsler (Fixkabel)

Indikatorelektrode (Durchmesser = 5.3 mm, Fixkabel 2 m), die für automatisierte Karl-Fischer-Titration verwendet wird.

dUnitrode mit Pt1000

Digitale, kombinierte pH-Elektrode für OMNIS mit integriertem Pt1000-Temperaturfühler. Sie eignet sicht besonders für:

- pH-Messungen und Titrationen in schwierigen, viskosen oder alkalischen Proben
- bei erhöhter Temperatur
- für Langzeitmessungen

Das Festschliffdiaphragma ist gegen Verschmutzung unempfindlich.

Referenzelektrolyt: c(KCl) = 3 mol/L, Aufbewahrung in Aufbewahrungslösung.

Alternativ: Referenzelektrolyt für Messugen bei T>80°C: Idrolyt, Aufbewahrung in Idrolyt.

dTrodes können an OMNIS Titratoren verwendet werden.