Application Note AN-K-068

Détermination de la teneur en eau et titrage acido-basique en parallèle

Détermination fiable et reproductible de la teneur en eau parallèlement à un titrage potentiométrique aqueux

La détermination de la teneur en eau par titrage volumétrique Karl Fischer est l'une des analyses les plus importantes au monde. L'utilisation d'un système OMNIS composé d'un titrateur OMNIS et d'un robot d'échantillonnage OMNIS permet l'analyse entièrement automatique de la teneur en eau dans divers produits et matrices. Le robot d'échantillonnage OMNIS est capable d'effectuer plusieurs titrages différents en parallèle.

Dans cette note d'application, nous présentons les résultats d'un titrage Karl Fischer volumétrique exécuté en parallèle à un titrage acide-base aqueux sur le même système. La teneur en eau n'est pas influencée par le titrage aqueux effectué en parallèle, ce qui permet de combiner les titrages potentiométriques et les titrages Karl Fischer sur le même système automatisé.

Plus d'informations dans la vidéo

ÉCHANTILLON ET PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Cette application est démontrée sur du tartrate de sodium dihydraté certifié avec une teneur en eau de 15,71% ± 0,07%. Aucune préparation d'échantillon n'est nécessaire.

EXPERIMENTAL

Les déterminations sont effectuées sur un système automatisé composé d'un OMNIS Sample Robot S avec la fonctionnalité Dis-Cover, d'un module de dosage OMNIS et d'un titrateur professionnel OMNIS (équipé d'une électrode double à fil Pt pour les systèmes automatisés pour KFT et d'une dEcotrode plus pour le titrage acido-basique).

L'échantillon est pesé dans le bécher à échantillon, qui est ensuite recouvert du couvercle DIS-cover et placé sur le portoir. Le robot OMNIS Sample Robot apporte automatiquement le bécher à la station de travail et le découvre juste avant l'analyse. Un mélange de solvants composé de méthanol, d'imidazole et de dioxyde de soufre est ajouté automatiquement et l'échantillon est titré avec un titrant monocomposant jusqu'au point final.

En parallèle, un titrage acide-base aqueux a été effectué sur une deuxième station de travail sur le même OMNIS Sample Robot.

Figure 1. Système automatisé OMNIS pour le titrage Karl Fischer volumétrique parallèle et le titrage acide-base aqueux, composé d'un robot d'échantillonnage OMNIS, d'un module de dosage OMNIS et d'un titrateur OMNIS Professional équipé d'une électrode à fil Pt pour les systèmes automatisés et d'une dEcotrode plus.

RÉSULTATS

Comme l'accent est mis sur la reproductibilité des résultats de la KF tout en effectuant un titrage acide-base en parallèle, nous ne présentons ici que les résultats de la KFT. Des résultats reproductibles ont été obtenus pour la teneur en eau. Pour le tartrate de sodium dihydraté testé, une teneur en eau de 15,67% (n = 6, SD(rel) = 0,3%) est trouvée, ce qui est bien dans la teneur en eau certifiée donnée.

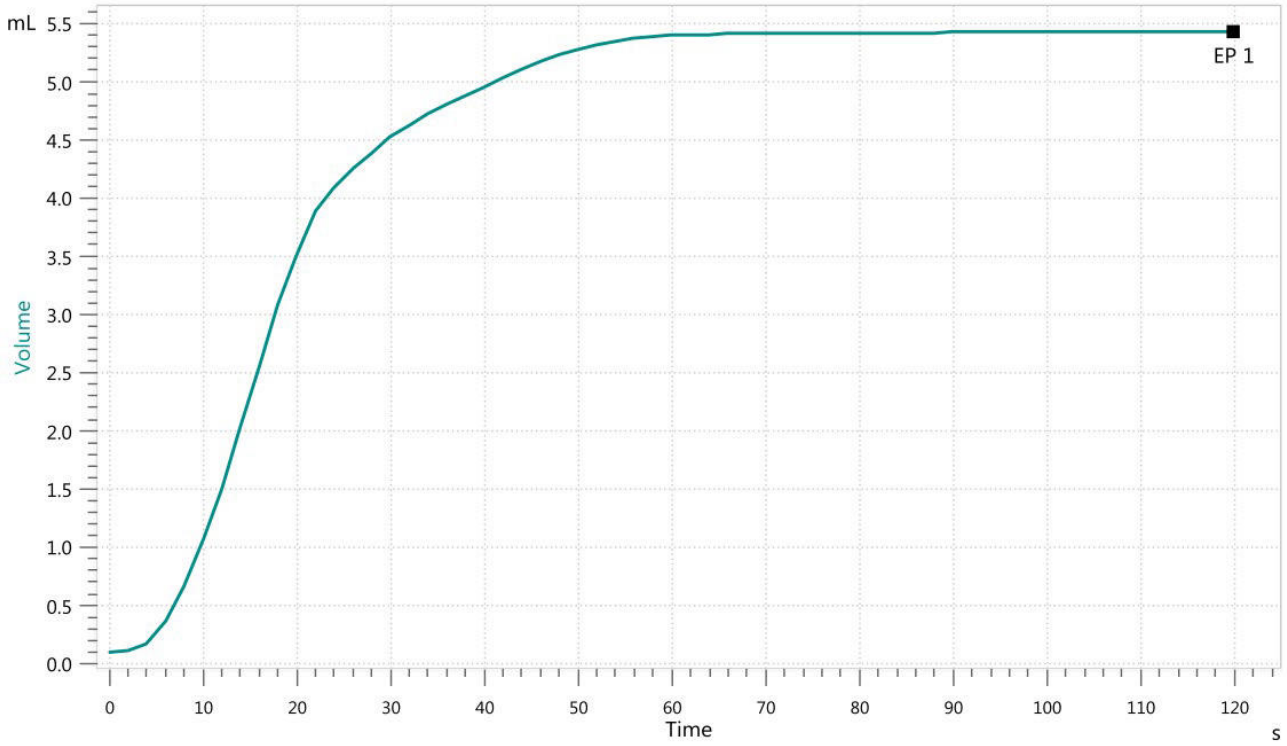


Figure 2. Courbe de titrage de la détermination de la teneur en eau dans le tartrate de sodium dihydraté.

CONCLUSION

Le titrage Karl Fischer est une méthode précise et fiable pour déterminer la teneur en eau d'un échantillon. Cette étude montre qu'il est possible de déterminer la teneur en eau en parallèle avec le titrage acide-base aqueux potentiométrique sur un système OMNIS automatisé. La détermination potentiométrique n'interfère pas avec le titrage Karl Fischer.

Une détermination fiable de la teneur en eau est possible en effectuant des titrages aqueux en parallèle avec le titrage Karl Fischer sur le même système OMNIS.

Internal reference: AW ISE CH-0180-122021

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen
info@metrohm.ch

CONFIGURATION

Module principal Pick and Place S

Module principal pour l'installation d'un OMNIS Sample Robot Pick&Place de la taille S. Ce module comprend le support de module et le porte-rack. Il est déjà équipé de l'élévateur et d'une pince. Pour l'extension en un Sample Robot opérationnel, des postes de travail comme le module Pick&Place ou un module de pompe sont nécessaires, en plus des racks d'échantillons et des doigts de pince. Ces composants sont choisis en fonction de l'application.

Module Pick and Place

Module à intégrer au support de module des OMNIS Sample Robots Pick&Place. Ce poste de travail accueille le bécher d'échantillon pour l'analyse. Entre les analyses, les capteurs utilisés sont nettoyés ou rangés dans le bécher de rangement du module Pick&Place. Si pendant l'analyse, il est nécessaire d'agiter, un agitateur à hélice séparé est utilisé sur ce poste de travail.

Module de pompe péristaltique (2 canaux)

Module à intégrer au support de module des OMNIS Sample Robots Pick&Place. Ce poste de travail est équipé d'une pompe de rincage et d'une pompe d'aspiration. Elles sont utilisées pour nettoyer les capteurs dans un module Pick&Place et vider le bécher d'échantillon après l'analyse, avant qu'il ne soit replacé dans le rack.

OMNIS Rod Stirrer Sample Robot

Agitateur à tige pour le raccordement direct à l'OMNIS Sample Robot avec câble à montage fixe (2,5 m).

OMNIS Professional Titrator sans agitateur

OMNIS Titrator, innovant, modulaire, potentiométrique pour le titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique). Grâce à la technologie 3S de l'adaptateur Liquid Adapter, la manipulation des produits chimiques est plus sure que jamais. Avec des modules de mesure et des unités de cylindre, le titreur peut être librement configuré et il est possible au besoin d'y ajouter un agitateur. Licence fonctionnelle « Professional » incluse pour le titrage en parallèle avec d'autres modules de titrage ou de dosage.

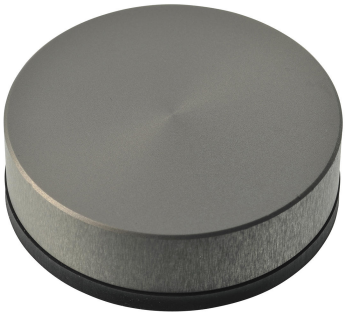
- Commande via un PC ou un réseau local
- Possibilité de connecter jusqu'à quatre autres modules de titrage ou de dosage pour d'autres applications ou solutions auxiliaires
- Possibilité d'y ajouter un agitateur magnétique et/ou un agitateur à hélice
- Différentes tailles de cylindre disponibles : 5, 10, 20 ou 50 mL
- Liquid Adapter avec la technologie 3S : manipulation de produits chimiques plus sure, transfert automatique des données originales des réactifs provenant des fabricants

Modes de mesure et options logicielles :

- Titrage à point final : licence fonctionnelle « Basic »
- Titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) : licence fonctionnelle « Advanced »
- Titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) avec titrage en parallèle 5 fois : licence fonctionnelle « Professional »

OMNIS Dosing Module sans agitateur

Module de dosage à connecter à un OMNIS Titrator pour ajout d'une burette supplémentaire pour titrage/dosage. Peut être utilisé avec un agitateur magnétique et/ou un agitateur à hélice pour une utilisation en tant que poste de titrage séparé. Unité de cylindre au choix de 5, 10, 20 ou 50 mL.



Couvercle KF Dis-Cover pour béchers d'échantillon OMNIS de 120 mL, 16 unités

Couvercle avec joints pour le titrage volumétrique Karl Fischer dans des béchers d'échantillon 6.01400.200, 6.01400.300 et 6.01400.303 dans le système OMNIS Sample Robot Pick&Place.

Rack d'échantillons OMNIS, 16 x 120 mL, (PP)

Rack d'échantillons OMNIS pour le OMNIS Sample Robot Pick&Place pour 16 béchers d'échantillon. Vous pouvez utiliser les béchers d'échantillon suivants : 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303. Plastique : polypropylène (PP)

Unité de cylindre OMNIS 20 mL

Unité de cylindre intelligente 20 mL pour un OMNIS Titrator, Titration Module ou Dosing Module. Tuyaux de dosage et pointe anti-diffusion compris.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licence OMNIS autonome

Elle permet l'exploitation autonome du logiciel OMNIS sur un ordinateur WindowsTM.

Caractéristiques :

- La licence comprend déjà une licence pour appareils OMNIS.
- Elle doit être activée via le portail d'octroi de licences Metrohm.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Stand-Alone : 1 licence appareil

1 licence appareil pour l'exploitation d'un autre appareil OMNIS pour OMNIS Stand-Alone.

Les appareils suivants sont pris en charge :

- Appareils OMNIS
- Appareils USB de Metrohm
- Appareils RS-232 (p. ex. balance)

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licence fonctionnelle KFT avec conditionnement

Licence fonctionnelle pour le titrage volumétrique Karl Fischer avec conditionnement pour un système de titrage OMNIS.

Électrode à double fil de platine pour le passeur d'échantillons (câble fixe)

Électrode indicatrice (diamètre = 5,3 mm, câble fixe de 2 m), utilisée pour le titrage Karl Fischer automatisé.

dUnitrode avec Pt1000

Électrode pH numérique combinée pour OMNIS avec capteur de température Pt1000 intégré. Elle est idéale en particulier dans les cas suivants :

- mesures du pH et titrages dans des échantillons visqueux ou alcalins difficiles
- en cas de températures élevées
- pour des mesures de longue durée

Le diaphragme rodé fixe est insensible à la contamination.

Électrolyte de référence : c(KCl) = 3 mol/L, conservation dans une solution de conservation.

Alternative : électrolyte de référence pour mesures à T>80 °C : solution Idrolyte, conservation dans l'Idrolyte.

Les dTrodes peuvent être utilisées sur les OMNIS Titrator.