



Application Note AN-K-068

Water content determination and acid-base titration in parallel

Reliable and reproducible water content determination in parallel to an aqueous potentiometric titration

The water content determination by volumetric Karl Fischer titration is one of the most important analyses worldwide. Using an OMNIS system consisting of an OMNIS Titrator and an OMNIS Sample Robot, the fully automatic analysis of water content is possible in various products and matrices. The OMNIS Sample Robot is capable of running several different titrations in parallel.

In this Application Note, we present the results of a volumetric Karl Fischer titration run in parallel to an aqueous acid-base titration on the same system. The water content is not influenced by the parallel running aqueous titration, allowing the combination of potentiometric titrations and Karl Fischer titrations on the same automated system.

Find more information in the video

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

This application is demonstrated on certified sodium tartrate dihydrate with a water content of $15.71\% \pm$

0.07%. No sample preparation is required.

EXPERIMENTAL

The determinations are carried out on an automated system consisting of an OMNIS Sample Robot S with Dis-Cover functionality, OMNIS Dosing Module, and an OMNIS Professional Titrator (equipped with a double Pt-wire electrode for automated systems for KFT and a dEcotrode plus for acid-base titration). The sample is weighed into the sample beaker, which is then covered with the DIS-cover lid and placed on the rack. The OMNIS Sample Robot automatically

brings the beaker to the workstation and uncovers it just prior to the analysis. A solvent mixture consisting of methanol, imidazole, and sulfur dioxide is added automatically and the sample is titrated with a single-component titrant to the endpoint.

In parallel, an aqueous acid-base titration was performed on a second workstation on the same OMNIS Sample Robot.

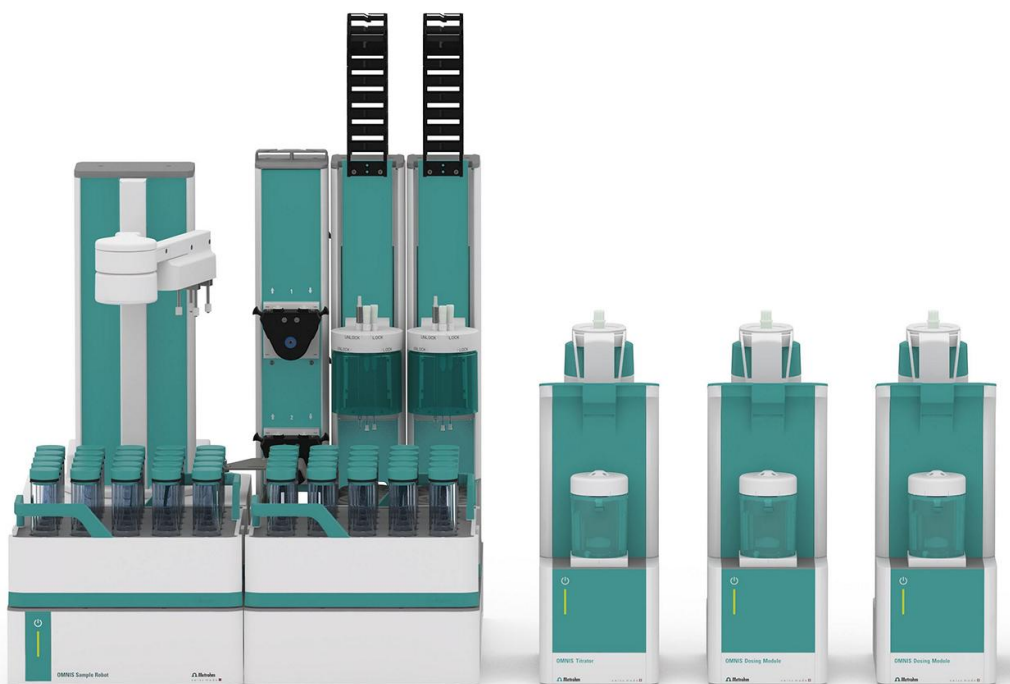


Figure 1. Automated OMNIS System for the parallel volumetric Karl Fischer titration and aqueous acid-base titration consisting of an OMNIS Sample Robot, OMNIS Dosing Module, and OMNIS Titrator Professional equipped with a Pt-wire electrode for automated systems and a dEcotrode plus.

RESULTS

As the focus is on the reproducibility of the KF results while performing acid-base titration in parallel, we only present the KFT results here. Reproducible results for the water content are obtained. For the tested

sodium tartrate dihydrate a water content of 15.67% ($n = 6$, $SD(\text{rel}) = 0.3\%$) is found, which is well within the given certified water content.

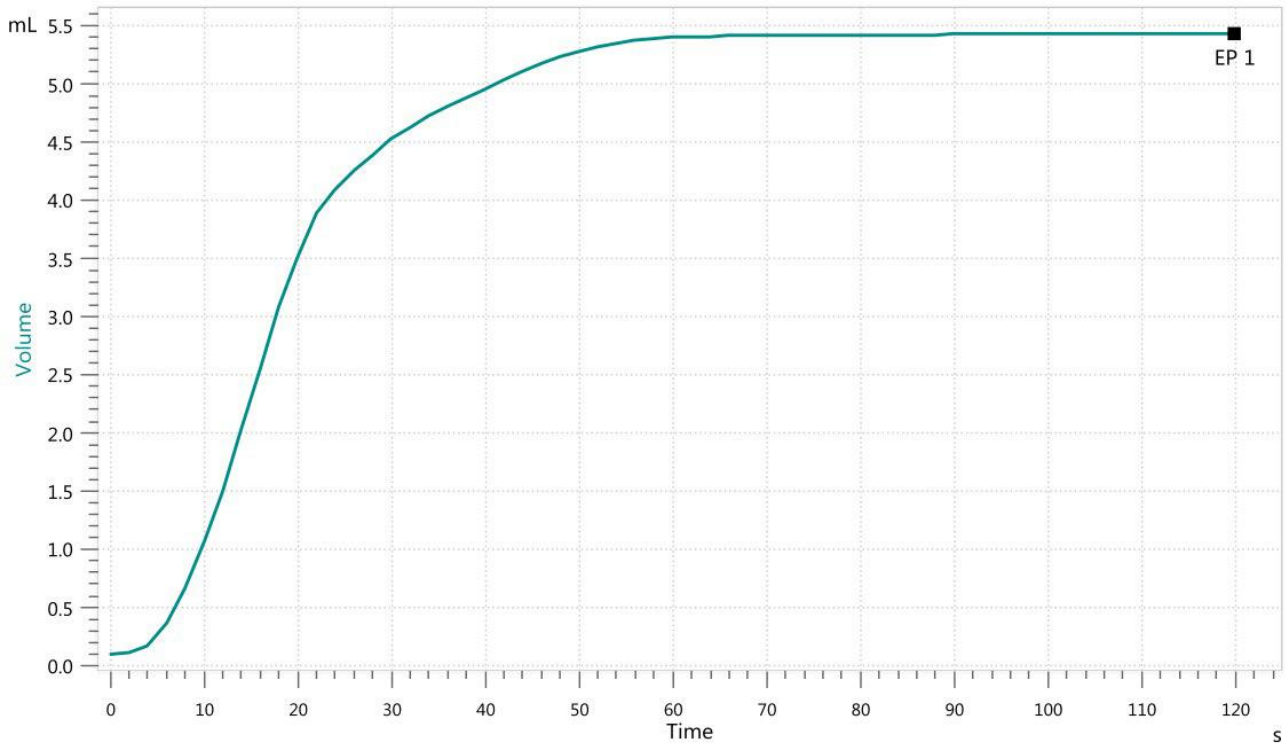


Figure 2. Titration curve of the determination of the water content in sodium tartrate dihydrate.

CONCLUSION

Karl Fischer Titration is a precise and reliable method for the determination of the water content of a sample. This study shows that a parallel determination of the water content besides potentiometric aqueous acid-base titration on an automated OMNIS system is

possible. The potentiometric determination does not interfere with the Karl Fischer titration.

A reliable water content determination is possible while running aqueous titrations in parallel with Karl Fischer titration on the same OMNIS system.

Internal reference: AW ISE CH-0180-122021

CONTACT

Metrohm France
13, avenue du Québec - CS
90038
91978 VILLEBON
COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr

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 bécquet d'échantillon pour l'analyse. Entre les analyses, les capteurs utilisés sont nettoyés ou rangés dans le bécquet 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 rinçage et d'une pompe d'aspiration. Elles sont utilisées pour nettoyer les capteurs dans un module Pick&Place et vider le bécquet 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 sûre 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 tige
- Différentes tailles de cylindre disponibles : 5, 10, 20 ou 50 mL
- Liquid Adapter avec la technologie 3S : manipulation de produits chimiques plus sûre, transfert automatique des données originales des réactifs provenant des fabricants

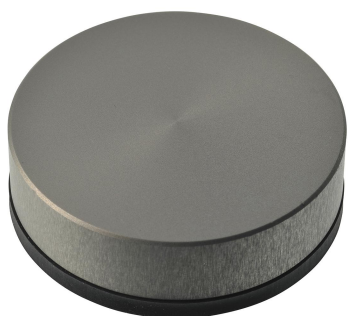
Modes de mesure et options logicielles :

- 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 : licence fonctionnelle « Professional »



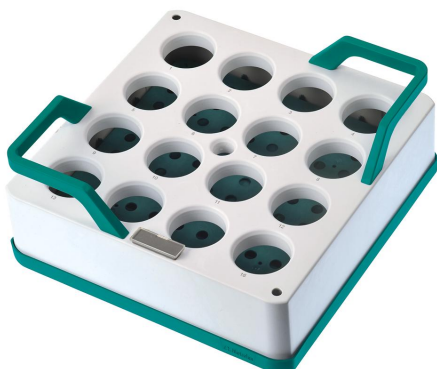
OMNIS Dosing Module sans agitateur

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 bécjers d'échantillon OMNIS de 120 mL, 16 unités

Couvercle avec joints pour le titrage volumétrique Karl Fischer dans des bécjers 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 bécjers d'échantillon. Vous pouvez utiliser les bécjers 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

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licence OMNIS autonome

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

Caractéristiques :

- La licence comprend déjà une licence pour appareils OMNIS.
- Elle doit être activée via le portail d'octroi de licences Metrohm.
- Elle ne peut pas être transférée sur un autre ordinateur.

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)

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 : $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$, conservation dans une solution de conservation.

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

Les dTrodes peuvent être utilisées sur les OMNIS Titrator.