



WHITE PAPER

Wassergehaltsbestimmung – Wichtige Aspekte der Karl-Fischer-Ofentechnik

Die Karl-Fischer-Ofentechnik hat sich in den letzten Jahrzehnten als wichtige Methode zur Wassergehaltsbestimmung in unterschiedlichsten Matrices etabliert. Sie diente anfänglich in erster Linie dazu, Proben, die sich in der alkoholischen Karl-Fischer-Vorlage nicht lösen, der Messung zugänglich zu machen.

Aufgrund des gestiegenen Bedarfes moderner Labore an automatischer Probenzufuhr, wird die Ofentechnik inzwischen aber häufig als Alternative zur manuellen

Probenaufgabe eingesetzt. Die thermische Gasextraktion des Wassers stellt den Anwender hinsichtlich der Methodvalidierung, der Geräteparametrierung und -pflege vor zusätzliche Herausforderungen.

Die vorliegende Broschüre gibt Antworten auf die wichtigsten Fragen rund um die Ofenmethode und leistet einen Beitrag zu möglichst optimalen Analyseergebnissen.

1. BLINDWERTMESSUNG

In einem Probevial befindet sich neben dem zu messenden Produkt stets auch Luft. Unter normalen Raumluftbedingungen enthält diese je nach aktuell herrschender Luftfeuchtigkeit ca. 5 bis 15 µg Wasser pro Milliliter, was einem Absolutwert zwischen 50 und 150 µg pro Vial entspricht. Diesen Blindwert ermittelt man mit Hilfe der Messung leerer Gefäße und bringt ihn bei den nachfolgenden Probenmessungen in Abzug. Die Standardabweichung mehrfacher Blindwertmessungen bei einer Bestimmungsdauer von 15 Minuten liegt im Bereich von $\pm 5 \mu\text{g}$. Da die zu messende Substanz Luft aus dem Gefäß verdrängt, verringert sich der Blindwert entsprechend. Dieser Zusammenhang wird bei der Resultatberechnung der Probe berücksichtigt (relativer Blindwertabzug). Daneben emittiert das Septum selbst in geringem Umfang Wasser, wobei der Effekt mit steigender Temperatur und Messdauer zunimmt. Die Blindwertmessung sollte daher bei gleicher Temperatur und etwa gleich lang erfolgen wie die sich anschließenden Messungen von Standardsubstanzen oder Proben.

2. DRIFTKORREKTUR

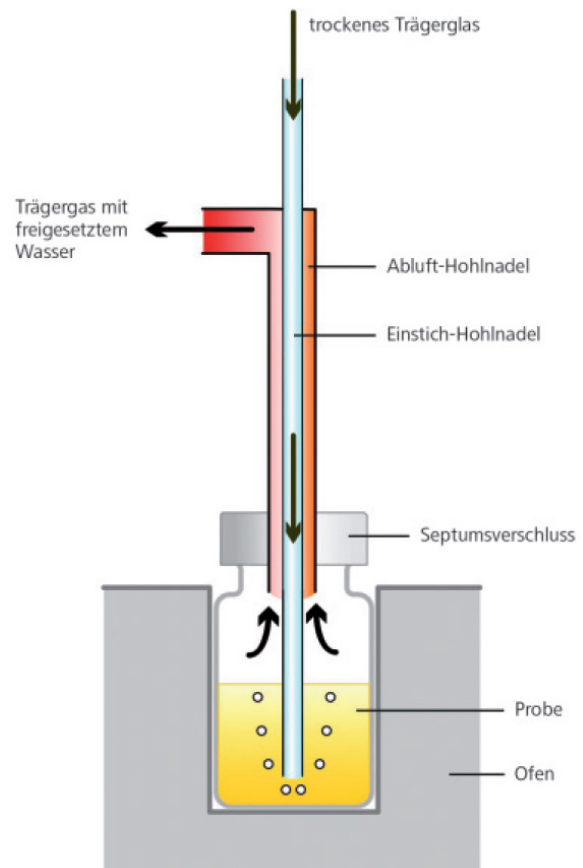
Den Hintergrundverbrauch an Iod einer austitrierten KF-Vorlage bezeichnet man als Drift. Befindet sich ein Ofensystem im Gleichgewicht mit der Umgebung, stabilisiert sich die Drift abhängig vom Zustand der Messzelle sowie des Raumklimas zwischen 2 und 10 µg Wasser pro min (Systembasislinie). Bei Probenmessungen wird das Produkt aus Drift und Messdauer von der Wassermenge am Endpunkt der Titration subtrahiert (Driftkorrektur).

Daneben dient die Drift üblicherweise als Abschaltkriterium (siehe Punkt 3 Abschaltkriterium).

Die Ermittlung des Hintergrundverbrauches kann auf zwei Wegen erfolgen: a) durch Zwischenspülung vor jeder Probenmessung im Konditioniervial bis zum Erreichen der Startbedingungen oder b) durch eine separate Leermessung über ca. 10 Minuten nach längerer Vorspülung des Ofensystems mit Trägergas (separate Driftmessung). Die Titrationsrate am Ende dieser Zwischenspülphase wird zur Driftkorrektur herangezogen.

Driftermittlung durch Zwischenspülung im Konditioniervial

Die Höhe der so ermittelten Drift ist abhängig von der Parametrierung der KF-Titration. Maßgeblichen Einfluss haben die Start- und Stoppdrift sowie die



Stabilisierzeit. Der auf diese Weise ermittelte Wert liegt meist oberhalb der Systembasislinie. Dies hat zur Folge, dass die Driftkorrektur tendenziell zu hoch und der Wassergehalt zu niedrig ausfallen. Insbesondere gilt dies für kleine Wassermengen in Verbindung mit langen Messzeiten. Bei hohen Genauigkeitsanforderungen sollte diese Methode deshalb nicht angewandt werden.

Separate Driftmessung

Es handelt sich hierbei um eine zusätzliche Messung, die vor jeder Serie durchzuführen ist. Zunächst wird solange vorgespült, bis die Basislinie stabil ist. Nach längeren Messpausen kann dies 1 bis 2 Stunden dauern, ansonsten sind 15 bis 30 min ausreichend. Die eigentliche Driftmessung erfolgt durch Aufsummieren des Hintergrundverbrauches über 10 Minuten. Auf diese Weise kann ausgeschlossen werden, dass das Auftreten zufälliger Driftpeaks das Ergebnis verfälschen. Der so ermittelte Wert wird von dem System gespeichert und dient den nachfolgenden Messungen zur Driftkorrektur sowie als Abschaltkriterium. Voraussetzung ist allerdings, dass sich die Basislinie während einer Serie - etwa in Folge des Eintrags störender Probenbestandteile - nicht wesentlich erhöht. Die Methode ist sehr genau und minimiert den Beitrag der Driftkorrektur sowie der Abschaltsteuerung auf die Messunsicherheit des Analysenergebnisses.

3. ABSCHALTKRITERIUM

Die Gastrocknung der Probe im Vialofen sowie die Titration werden beendet, wenn das Coulometer eine vordefinierte Titrationsrate (Wassermenge pro Minute) unterschreitet. Üblicherweise verwendet man hierfür das Stoppkriterium relative Drift. Dabei wird eine fixe, in der Methode hinterlegte Rate zur Startdrift addiert. Der Endpunkt ist erreicht, wenn die Titrationsrate kleiner als die Summe dieser beiden Größen ist. Je höher man den Wert für die relative Drift setzt, desto früher beendet das System die Titration und desto mehr Wasser verbleibt in der Probe. Das Ausmaß der Minderbefunde hängt vom Wassergehalt und der Trocknungsgeschwindigkeit der Probe ab. Wenn man mit automatischer Driftermittlung durch Spülung im Konditionierintervall (siehe Punkt 2 Driftkorrektur) arbeitet, erhöht sich darüber hinaus aufgrund verschiedener Effekte mit größer werdender Stopppdrift die Startdrift der nachfolgenden Messung. Dies führt zu einem größeren Driftabzug und damit zu einer Ausweitung der Minderbefunde. Aus den genannten Gründen sollte als relative Drift nicht mehr als 5 µg/min verwendet werden. Für hohe Genauigkeitsanforderungen und vor allem bei kleinen Wassermengen empfehlen wir 2 µg/min.

4. PAUSE (ANREICHERUNG VON WASSER IM COULOMETRIEREAGENZ)

Generatorelektroden ohne Diaphragma neigen bei Titrationsraten unterhalb von 200 µg/min zu Überbefunden. Der systematische Fehler nimmt mit kleiner werdenden Umsätzen tendenziell zu und ist unter anderem abhängig vom Zustand der Generatorelektrode sowie dem verwendeten Reagenz. Bei einer konstanten Titrationsrate von 50 µg/min liegt der Überbefund im Bereich von 10%. Für die Ofentechnik ist dies insofern relevant, als mit fortschreitender Gastrocknung die Geschwindigkeit des Wassereintrages in die Coulometriezelle abnimmt. Ein Teil des Wassers wird deshalb im Bereich kleiner Raten detektiert. Das Ausmaß der daraus resultierenden Überbefunde hängt von der Bestimmungsdauer und der Gesamtmenge des titrierten Wassers ab. Bei Ofenstandards liegen die Mehrbefunde zwischen 0,5 bis 2%. KFTitratoren von Metrohm bieten die Möglichkeit, mit einer Pause zu arbeiten. Während dieser Zeit wird das aus der Probe kommende Wasser im Coulometriereagenz angereichert, es findet aber noch keine Iodproduktion an der Generatorelektrode statt. Nach Ablauf der Pausenzeit wird das kumulierte Wasser mit maximaler Geschwindigkeit abtitriert. Die Pausenzeit

orientiert sich an der Trocknungsdauer der Probe. Falls nicht bekannt, ermittelt man sie am einfachsten mit Hilfe einer KF-Ofenmessung ohne Pause. Für die kommerziell erhältlichen Ofenstandards empfehlen wir je nach Einwaage eine Pause von 12 bis 15 Minuten.

5. REAGENZIEN

Methanolverlust

Das Coulometriereagenz wird bei Verwendung eines KF-Ofens kontinuierlich mit Trägergas durchspült. Dies führt zu einer allmählichen Verdampfung des flüchtigen Methanols. Bei Verwendung von diaphragma-losen Generatorelektroden beobachtet man mit kleiner werdendem Methanolanteil der Vorlage Überbefunde im Bereich von 102 bis maximal 110%. Der Methanolverlust muss daher messtäglich wieder ergänzt werden. Dies kann manuell oder mit Hilfe einer Dosiervorrichtung erfolgen. Zum Schutz der Anwender vor toxischen Methanoldämpfen bietet Metrohm einen Adsorber auf der Basis von Aktivkohle an. Dieser reinigt das aus der Coulometriezelle austretende Trägergas, ehe es in die Raumluft gelangt.

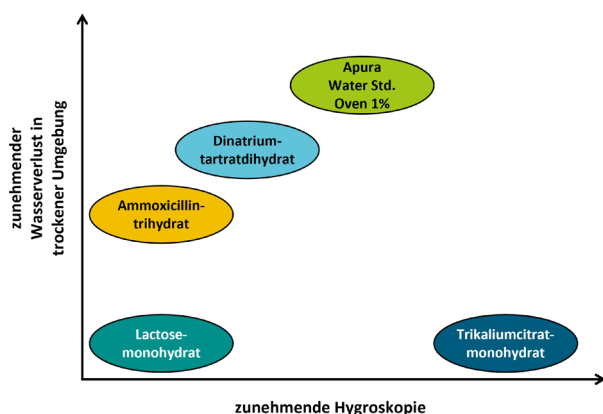
Reagenzkapazität

Unter Reagenzkapazität versteht man in der KF-Coulometrie die Wassermenge, die mit einem gegebenen Volumen an Reagenz titriert werden kann. Sie ist äquivalent zur Stoffmenge an Schwefeldioxid, das in der KF-Reaktion als Reduktionsmittel fungiert. Bei einer frischen Vorlage beträgt die Reagenzkapazität ca. 10 mg Wasser pro Milliliter Reagenz. Sinkt die SO₂-Konzentration unter die Hälfte des Ausgangswertes, erhöht sich die Bestimmungsdauer merklich. Die Vorlage sollte dann vollständig erneuert werden. Die von Metrohm zur Verfügung gestellten Methoden überwachen die Reagenzkapazität und geben dem Anwender bei Unterschreiten einer vordefinierten Schwelle einen Warnhinweis. Wenn Ihr System über eine entsprechende Dosiervorrichtung verfügt, erfolgt automatisch ein Reagenzwechsel.

6. OFENSTANDARDS

Die Überprüfung von KF-Öfen erfolgt mit Hilfe von Ofenstandards. Es handelt sich hierbei um Substanzen mit einem stöchiometrischen Kristallwasseranteil. Im Handel erhältlich sind Natrium-wolframat-monohydrat (Apura Water Standard Oven 1%), Lactose-monohydrat, Trikaliumcitratmonohydrat, Di-natriumtartratedihydrat und Amoxicillin-trihydrat. Abhängig von der Luftfeuchtigkeit können die Standards ihren Wasser-

gehalt ändern. Einige haben bei hoher Luftfeuchtigkeit wasserziehende Eigenschaften, andere hingegen emittieren bei geringer Luftfeuchtigkeit Wasser. Nebstehende Grafik gibt einen Überblick, wie die verschiedenen Substanzen hinsichtlich der Stabilität Ihres Wassergehaltes einzuordnen sind. In jedem Fall sollte man darauf achten, die Gebinde nicht unnötig lange zu öffnen.



Trocknungstemperaturen von Ofenstandards Eine vollständige und zersetzungsfreie Trocknung von Ofenstandards gelingt nur bei geeigneten Temperaturen. Die Chemikalienhersteller geben in ihren Produktinformationen entsprechende Temperaturbereiche vor. Eine Überprüfung dieser Angaben von Seiten der Metrohm Deutschland mit Hilfe hochaufgelöster Gradientenmessungen ergaben zum Teil etwas niedrigere Werte. Wir empfehlen für die verschiedenen Substanzen folgende Temperaturen:

Apura Water Standard Oven 1%:	> 100°C
Lactose-monohydrat, 5%	150°C
Trikaliumcitrat-monohydrat, 5,6%	215°C
Dinatriumtartrat-dihydrat, 15,6%	180°C
Amoxicillin-trihydrat, 13%	118°C

Linearität und Genauigkeit

Die KF-Ofentechnik deckt einen großen, linearen Arbeitsbereich ab. Nach unten wird er durch die Genauigkeit der Blindwert- und Driftmessung (siehe Punkt 1 Blindwertmessung und Punkt 2 Driftkorrektur) begrenzt, nach oben hin lediglich durch die SO₂-Konzentration des verwendeten Reagenzes (siehe Punkt 5 Reagenzien). Da jedoch die Titrationsrate aufgrund der elektrochemischen Ioderzeugung bei maximal 2,24 mg / min (Generatorstrom = 400 mA) beträgt, sind Wassermengen oberhalb von 50 mg nicht sinnvoll. Mit einem korrekt arbeitenden System liegt die Wiederfindung von Standardmessungen bezogen auf den Zertifikatwert zwischen 98 und 102% bei einer relativen Standardabweichung

im Bereich von $\pm 1\%$. Abweichungen von diesem Korridor deuten auf eine Funktionsstörung hin. Die Nachweisgrenze bei der Messung von Ofenstandards ermittelt in Anlehnung an DIN 32645 beträgt ca. 50 µg Wasser. Daraus ergibt sich eine geschätzte Bestimmungsgrenze von 150 µg. Wir empfehlen ungeachtet des verwendeten Standards Einwaagen im Bereich von 100 mg, was einer Wassermenge von 1 mg (Apura Water Standard Oven 1%) bis 16 mg (Dinatriumtartratdihydrat) entspricht.

7. GENERATORELEKTRODEN

An der Generatorelektrode findet Oxidation von Iodid zu Iod (Anode) sowie Reduktion von H⁺ zu Wasserstoff (Kathode) statt. Anodische Nebenreaktionen, die nicht in die Oxidation von Iodid münden, führen zu Überbefunden, da ein Teil der vom Coulometer detektierten Ladungsmenge andere Reaktionen als die



Eliminierung von Wasser induziert. Generatorelektroden ohne Diaphragma sind anfälliger für Überbefunde als solche mit abgetrenntem Kathodenraum. Allgemein empfehlen wir den Einsatz von Metrohm-Generatorelektroden ohne Diaphragma nicht in Verbindung mit Reagenzien, die kein oder nur wenig Methanol enthalten. Dies trifft auch auf aufkonzentrierte, an Methanol verarmte Reagenzien (siehe Punkt 5 Reagenzien) zu.

8. DAS ÜBERLEITSYSTEM (EINSTICHNADEL, ABLUFTNADEL, ÜBERLEITSCHLAUCH)

Verzögerte Wasserdurchleitung aufgrund von Verunreinigungen:

Enthält eine Probe neben Wasser noch andere flüchtige zunehmender Wasserverlust in trockener Umgebung zunehmende Hygroskopie Trikaliumcitratmonohydrat Lactosemonohydrat Amoxicillintrihydrat Dinatriumtartratdihydrat Apura Water Std. Oven 1% Komponenten, werden diese ebenfalls durch den Gasstrom ausgetragen. Da die Temperatur außerhalb

des Probegefäßes geringer ist, kondensiert ein Teil dieser gasförmigen Matrixbestandteile im Leitungsweg. Der im Trägergas enthaltene Wasserdampf bildet ein Verteilungsgleichgewicht mit dem Kondensat, wodurch sich der Wassertransport vom Vial in die Coulometriezelle verzögert. Längere Messzeiten und ein Anstieg der Drift vor Beginn der Titration sind die Folgen. Wie stark der retardierende Effekt ist, hängt von der Menge und der Hydrophilie der Verunreinigungen ab. Neben Verdampfung und Kondensation findet bei flüssigen Proben zusätzlich Matrixaustrag durch Aerosolbildung statt.



Auch Feststoffe können, wenn sie sehr feinpulvrig sind, durch den Gasstrom aufgewirbelt werden. Sie lagern sich in der Regel in der Abluftnadel oder unmittelbar dahinter ab. Um einer Erhöhung der Messdauer und Fehlmessungen entgegenzuwirken, muss der Leitungsweg zwischen Vial und Messzelle regelmäßig gereinigt werden. Wir empfehlen eine zweistufige Spülung mit Wasser und mit einem Alkohol. Danach trocknet man die Komponenten mit Druckluft und legt sie für 5 bis 10 Minuten bei 70°C in den Wärmeschrank.

Verstopfung der Einstichnadel

Die Einstichnadel wird durch das einströmende Trägergas gekühlt. Sie bildet somit die kälteste Stelle innerhalb des Vials. Proben, die bei Raumtemperatur fest sind, bei der eingestellten Ofentemperatur aber schmelzen oder sublimieren, führen regelmäßig zu Verstopfung der Einstichnadel, da die Austrittsöffnung durch Resublimat oder erstarrter Schmelze verlegt wird. In manchen Fällen ist es ausreichend, die

Eintauchtiefe der Einstichnadel zu verringern. Bei Substanzen, die im Vial schmelzen, führt diese Maßnahme jedoch zu erheblich längeren Extraktionszeiten, da sich der Stoffaustausch zwischen Trägergasphase und Probe durch die fehlende Durchspülung verschlechtert (siehe 10. Gasextraktion flüssiger Proben). Ausreichende Löslichkeit vorausgesetzt, besteht die effektivste Methode darin, zur Probe ein hydrophobes Lösemittel wie z. B. Xylol hinzuzugeben. Während der Gasextraktion wird die Probe durch das Lösemittel solvatisiert, wodurch sich zum einen die Wasserfreisetzung beschleunigt und zum anderen eine Verstopfung sicher vermieden werden kann. Die Zugabe des Lösemittels kann mit Hilfe einer Dosiervorrichtung automatisiert durch den Probenwechsler erfolgen. Die im Lösemittel enthaltene Wassermenge berücksichtigt man durch entsprechende Blindwertmessungen.

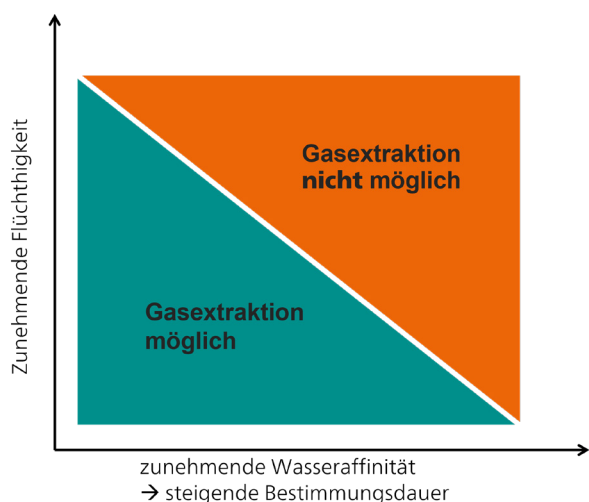
9. OFENTEMPORATUR

Der entscheidende Parameter für die Richtigkeit einer KFOfenmessung ist die Temperatur. Sie muss ausreichend hoch sein, um das in der Probe enthaltene Wasser vollständig zu extrahieren, ohne dass sich aufgrund thermisch induzierter, chemischer Reaktionen (z. B. Kondensationen oder Eliminierungen) Wasser bildet. Bei organischen Hydraten ist das Temperaturfenster, in dem eine Gastrocknung möglich ist, oftmals sehr klein. Eine einfache Methode der Temperaturfestlegung besteht in sogenannten Rampenmessungen. Dabei wird die Ofentemperatur langsam erhöht und das von der Probe freigesetzte Wasser parallel gemessen. Die Software zeichnet die Wasserdesorption als Titrationsrate in Abhängigkeit der Temperatur auf. Wir empfehlen, Temperaturgradienten zwischen 0,1 und 0,3°C/min zu verwenden. Je stärker die Bindungskraft zwischen Matrix und Wasser, umso höher ist die Temperatur, ab der eine Substanz ihr Wasser abgibt. Enthält eine Probe Wasser in verschiedenen Bindungsformen, weist die Rampenmessung mehrere lokale Maxima auf. Wenn die Trocknung abgeschlossen ist, sinkt die Titrationsrate auf das Niveau der Grunddrift ab. Bei organischen Substanzen beobachtet man mit weiter ansteigender Temperatur häufig eine Wiederzunahme der Wasserfreisetzung aufgrund thermischer Zersetzungsreaktionen, die in der Regel mit einer Verfärbung der Proben einhergehen. Richtige Ergebnisse für den Wassergehalt erhält man mit einer Trocknungstemperatur, die im Desorptionsminimum der Rampenmessung liegt. Bei dieser Temperatur ist die Probe noch thermisch stabil, gibt aber ihr Wasser vollständig ab.

Weist eine Sub03 stanz ein solches Desorptionsmaximum nicht auf, kann der Wassergehalt nicht mit der KF-Ofentechnik gemessen werden.

10. GASEXTRAKTION FLÜSSIGER PROBEN (ÖLE, LÖSEMittel, LACKE ETC.)

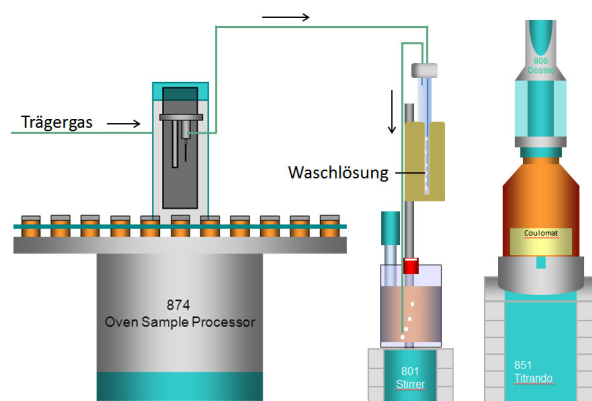
Im Unterschied zu Feststoffen geht die Gasextraktion von Flüssigkeiten in der Regel mit einem Austrag von Probe einher. Die Verdampfungsrate ist abhängig vom Siedepunkt, von der Ofentemperatur und dem Gasfluss. Ob eine KF-Ofenmessung möglich bzw. sinnvoll ist, hängt von der Hydrophilie und der Flüchtigkeit der zu messenden Probe ab (siehe Grafik). Je stärker die Bindungskräfte zwischen Wasser und Matrix sind, umso länger dauert die Gasextraktion. In Verbindung mit einem niedrigen Siedepunkt bedeutet dies, dass die Probe teilweise oder vollständig verdampft.



Dies trifft beispielsweise für kurzkettige Alkohole, Carbonsäuren oder Amine zu. Substanzen also, die mit Wassermolekülen Wasserstoffbrückenbindungen ausbilden und die unterhalb von 150°C siedend. Demgegenüber ist die Wassergehaltsbestimmung von mineralischem Ottokraftstoff mittels der Ofentechnik trotz eines Siedebereiches zwischen 25 und 210°C möglich. Da es sich hierbei um ein hydrophobes Medium handelt, wird das darin befindliche Wasser durch den Gastrom rasch ausgetragen. Generell gilt bei flüssigen Proben, dass sie vom Trägergas durchspült werden müssen. Andernfalls dauert die Messung erheblich länger. Die Einwaage ist daher so zu wählen, dass die Einstichnadel in die Probe eintaucht. Unabhängig von der Art der Probe sowie deren Wassergehalt nimmt die Analysendauer mit steigendem Gasfluss ab. Wir empfehlen daher eine Flussrate von mindestens 80 mL/min.

Eine wichtige Anwendung in der KF-Ofentechnik ist die Wassergehaltsbestimmung von Ölen. Bei diesen

meist hydrophoben, hochsiedenden Medien ist der Probeaustrag gering. Insbesondere Schmieröle enthalten jedoch Additive wie beispielsweise Borsäureester oder Polythiole die in der KF-Titration zu Nebenreaktionen führen. Dasselbe gilt für Alterungsprodukte in gebrauchten Ölen. Als Extraktionstemperatur haben sich 120° C bewährt. Höhere Temperaturen führen zu einem verstärkten Austrag störender Substanzen. Mit Hilfe eines zwischen Probevial und Coulometriezelle geschalteten Gaswäschers (siehe Grafik), der für Wasser durchlässig ist, organische Komponenten jedoch zurückhält, können störende Matrixkomponenten eliminiert und die Gebrauchsdauer des Reagenzes erheblich verlängert werden. Der Wäscher kann als Zubehör zu allen Metrohm Vial-Öfen bestellt werden.



11. GASFLUSS

Das Trägergas hat die Funktion, das von der Probe emittierte Wasser in die KF-Zelle zu transportieren. Hierfür ist es zunächst unerheblich, um was es sich für ein Gas handelt. Allerdings ist zu beachten, dass die thermische Stabilität organischer Substanzen bei Verwendung von Luft als Trägergas oftmals geringer ist, da bei höheren Temperaturen Oxidationsreaktionen mit dem Luftsauerstoff einsetzen können. Eine größere Flexibilität und Analysensicherheit bietet daher die Verwendung eines Inertgases, in der Regel Stickstoff, wobei technische Qualität ausreichend ist.

Für Feststoffe gilt, dass ein höherer Gasfluss die Trocknung von Substanzen mit hohem Wassergehalt beschleunigt. Bei nahezu wasserfreien Proben hingegen hat die Strömungsgeschwindigkeit keinen nennenswerten Einfluss auf die Analysendauer. Wir empfehlen für die Gasextraktion von Feststoffen mit Wassergehalten unterhalb von 1% einen Gasflussfluss von 50 mL/min. Bei höheren Wassergehalten ist es

sinnvoll, auf bis zu 100 mL/min zu erhöhen. Darüberhinausgehende Flussraten verkürzen die Trocknungsdauer erfahrungsgemäß nicht.

Die Wasserextraktion aus gasdurchspülten Flüssigkeiten hingegen beschleunigt sich unabhängig von deren Wassergehalt mit zunehmendem Gasfluss (siehe 10. Gasextraktion flüssiger Proben). Grund hierfür ist der Umstand, dass die Beladung des Trägergases mit Wasser proportional zur Wasserkonzentration der flüssigen Probe ist. Letztere verarmt also umso schneller an Wasser, je mehr Gas durch die Flüssigkeit strömt. Ofenmessungen flüssiger Medien wie z. B. Öle, Kraftstoffe oder Lösemittel sollten daher nicht mit Flussraten unterhalb von 80 mL/min erfolgen.

12. OFENMESSUNGEN IN KOMBINATION MIT VOLUMETRISCHER KF-TITRATION

Üblicherweise wird die Ofentechnik in Verbindung mit coulometrischer KF-Titration eingesetzt. Sofern die zu messenden Wassermengen oberhalb von etwa 2 mg liegen, ist eine volumetrische Titration ebenso möglich. Passt man das verwendete Zubehör sowie die Parametrierung auf die Erfordernisse dieser Technik an, ist die Genauigkeit in etwa gleich. Unterhalb von 2 mg nimmt die Präzision im Vergleich zur coulometrischen KFT jedoch deutlich ab.

Empfohlenes Zubehör

Titriergefäß:	Vollglaszelle 6.1464.320 (dasselbe Gefäß wie auch für die Coulometrie verwendet wird)
Dosiervorrichtung:	Dosimat 805 mit 5 mL Wechseleinheit
Bürettenspitze:	Kapillarspitze 6.1543.040, Innendurchmesser 0,3 mm
Maßlösung:	Ein- oder Zweikomponentenreagenzien mit Titer von 1 oder 2

Empfohlene Parametrierung

(siehe 2. separate Driftkorrektur)

EP-Spannung:	250 mV
I _{pol} :	20 µA
Regelbereich:	250 mV
Max. Rate:	1,2 mL/min
Min. Volumeninkrement:	minimal
Startdrift:	20 µL/min
Stabilisierzeit:	0 sec
Driftkorrektur:	manuell, CV.Drift
Stoppkriterium:	Zeit, 45 sec



Metrohm Deutschland GmbH & Co. KG
In den Birken 3
70794 Filderstadt
Tel. +49 711 770 88 0
info@metrohm.de
www.metrohm.de