



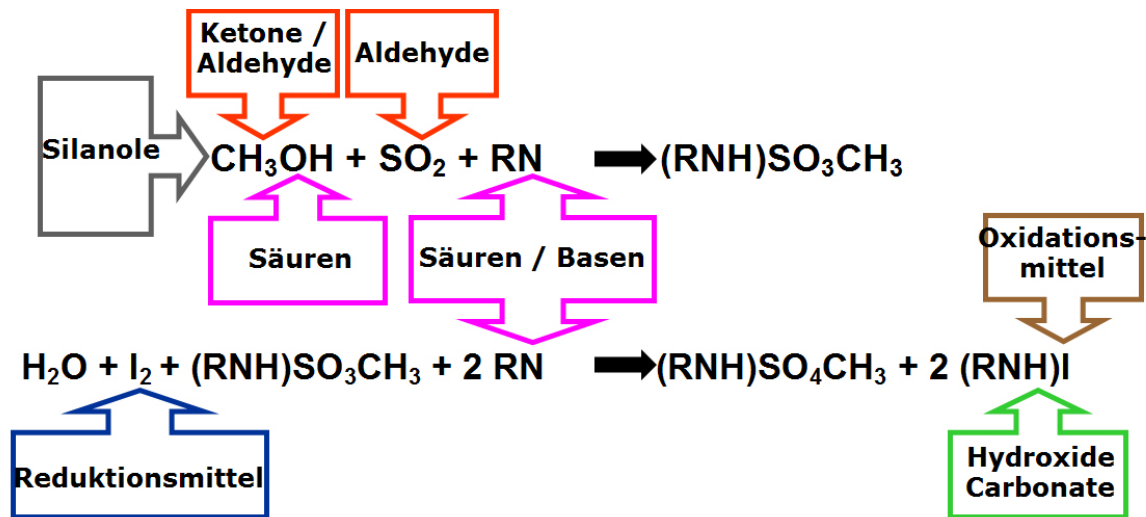
WHITE PAPER

Karl-Fischer-Titration – Wie erkennt man Nebenreaktionen?

Die Wasserbestimmung nach Karl Fischer ist nur spezifisch, wenn keine Nebenreaktionen auftreten.

Als Nebenreaktionen bei der KF-Titration werden alle Reaktionen mit Probeninhaltsstoffen bezeichnet, die:

- die Stöchiometrie der KF-Reaktion stören
- den auf pH 5-6 gepufferten pH-Bereich verschieben
- selbst Wasser bilden oder Wasser verbrauchen
- an der Anode der Generatorelektrode oxidiert werden
- an der Kathode der Generatorelektrode reduziert werden
- mit den Inhaltsstoffen des Karl-Fischer-Reagenzes reagieren



NEBENREAKTIONEN VON PROBENBESTANDTEILEN MIT DEN INHALTSSTOFFE DES KARL-FISCHER-REAGENZES

- Reaktion mit Iod, d.h. Probe kann durch Iod oxidiert werden
- Reaktion mit Iodid, d.h. Probe kann Iodid zu Iod oxidieren und dabei selbst reduziert werden
- Reaktion mit Alkohol
- Reaktion mit den Säuren im Reagenz

Wie stark ausgeprägt eine Nebenreaktion ist, hängt nicht nur von der Nebenreaktion an sich, sondern auch vom Anteil der Störkomponente in der Probe und der Größe der Einwaage ab.

Zum Teil können Nebenreaktionen durch die Verwendung von kleineren Einwaagen und frischer Reagenzvorlage für jede Titration minimiert werden, so dass keine weitere Sonderbehandlung notwendig wird.

ERKENNEN VON KF-NEBENREAKTIONEN

Welche Merkmale deuten auf eine Nebenreaktion hin?

Prinzipiell gilt für das Erkennen von Nebenreaktionen: vorhergehende Abklärung, ob das Wasser der Probe komplett freigesetzt wurde, oder ob die Beobachtungen auf eine langsame und unvollständige Wasserfreisetzung zurückzuführen sind. Bei Proben, die im KF-Reagenz komplett gelöst vorliegen, ist auch das Wasser vollständig freigesetzt.

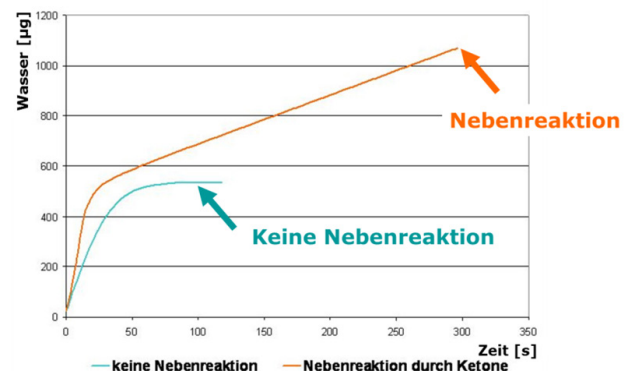
Titration wird nicht beendet:

Liegt eine ausgeprägte Nebenreaktion mit kontinuierlichem Iodverbrauch vor, titriert das System über einen

längeren Zeitraum, ohne dass die Endpunktparameter erfüllt werden und ein Titrationsende gefunden wird, kann das auf eine Nebenreaktion hinweisen. Die Bestimmung muss dann durch Anpassung der Live-Parameter z.B. Abbruchzeit, gestoppt werden.

Kurve:

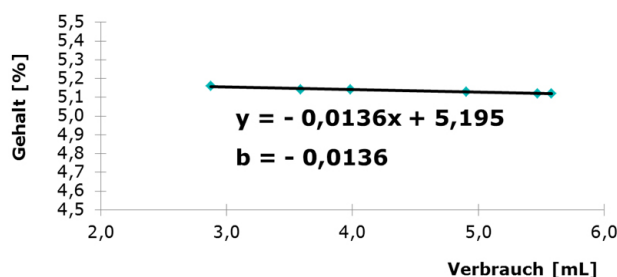
Beobachtet man, im Vergleich zur Titration eines Wasserstandards, eine längere Titrationszeit, langsame Endpunkterkennung und nach Abschluss der Titration eine höhere Drift als vor der Titration, sind das Indizien für Nebenreaktionen. Zur einfacheren Beurteilung dient der Vergleich einer Titrationskurve einer Probe mit der eines Standards mit ähnlich hoher Wassermenge. Ist bei der Darstellung Volumen gegen Zeit (für Coulometrie: μg Wasser gegen Zeit) nach einem anfänglichen schnellen Anstieg der Titrationskurve, ein stetig ansteigender Verlauf zu erkennen, kann das auf eine Nebenreaktion hinweisen.



Linearität:

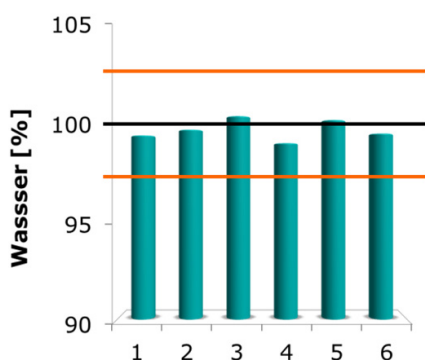
Liegt eine Nebenreaktion vor, können die gefundenen Wassergehalte abhängig von der Probeneinwaage respektive dem Verbrauch sein.

In diesen Fällen ist bei der Darstellung der Regressionsgeraden (Streudiagramm) der Wertepaare Gehalt/Verbrauch ein Trend zu erkennen. Signifikante positive oder negative Steigungen der Regressionsgeraden deuten auf eine scheinbare Abhängigkeit des Wassergehaltes von der Größe des Verbrauches bzw. der Einwaage hin, was einen Hinweis auf Nebenreaktionen geben kann. Die Steigung b sollte hier im Idealfall 0,000 betragen, d. h. die Gerade sollte eine Waagrechte darstellen. Sollte bei der Bestimmung von Proben die Steigung größer 0,025%/mL sein, muss ein systematischer Fehler vorliegen.



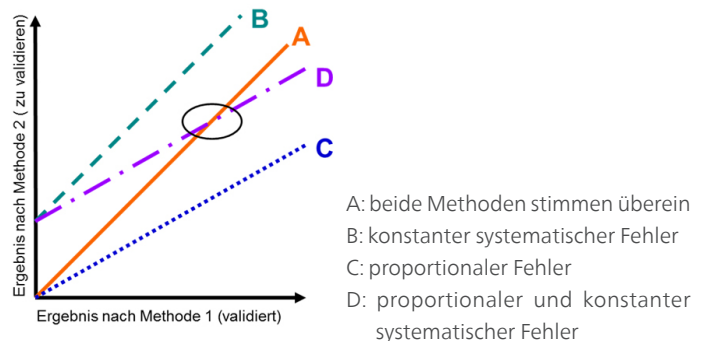
Aufstockung:

Liegt die Wiederfindungsrate von Wasser nach Aufstockung der Proben nicht im Bereich $100 \pm 3\%$, kann es ein Hinweis auf eine Nebenreaktion sein. Je nach Art und Geschwindigkeit der Nebenreaktion kann die Wiederfindung entweder zu hoch oder zu niedrig sein. So werden z.B. bei Proben die DMSO (Dimethylsulfoxid) enthalten, Minderbefunde verursacht. Allerdings ist eine Wiederfindungsrate von nahezu 100 % keine Garantie für die Abwesenheit einer Nebenreaktion, da sehr schnellablaufende Nebenreaktionen dadurch nicht erkannt werden. Diese Vorgehensweise ist ausführlich im Suitabilitytest (Eignungstest) in der europäischen Pharmakopöe im Kapitel 2.5.12 beschrieben.



Richtigkeit:

Beim Vergleich des Wassergehaltes, der mit Karl-Fischer-Titration und einer anderen Messmethode bestimmt wurde, liegen die Resultate bei einer Nebenreaktion je nach Art entweder zu hoch oder zu niedrig vor, vorausgesetzt die Wasserfreisetzung der Probe ist vollständig und die Referenzmethode liefert richtige Werte. Eine statistische Auswertung der beiden Messreihen, in wie weit die Mittelwerte übereinstimmen oder ob signifikante Unterschiede vorliegen, kann mit Hilfe eines Statistikprogrammes durchgeführt werden.



- Vorversuche im schwach sauren (alkoholischen) Medium mit Iodlösung oder Kaliumiodidlösung zeigen, ob Probeninhaltsstoffe entweder Iod reduzieren bzw. Iodid oxidieren. Das kann auch schon über einen einfachen Vorversuch durch tropfenweise Zugabe an der Färbung erkannt werden.
- Anhand einer Beurteilung der Redoxpotentiale, aus der elektrochemischen Spannungsreihe der Redoxpaare von Probeninhaltsstoffen mit Iod/Iodid, kann abgeschätzt werden ob eine unerwünschte Redoxreaktion ablaufen kann. Ist das Standardpotential positiver als Iod/Iodid, wie z.B. bei Chlor, kann dies zu Minderbefunden durch die Oxidation des Iodids führen. Bei einem Standardpotential das negativer ist, kann ein Mehrverbrauch durch Reduktion des Iods eintreten.

ABHILFE VON KF-NEBENREAKTIONEN

Durch geeignete Maßnahmen können die meisten unerwünschten und störenden Nebenreaktionen unterdrückt werden.

- Verwendung von methanolfreien Reagenzien: z.B. Spezialreagenzien für Ketone, für Substanzen die mit dem Alkohol im KF-Reagenz reagieren
- Zusatz von Pufferlösung für Säuren oder Imidazol im stöchiometrischen Überschuss: für Proben die den pH-Bereich des KF-Reagenzes zu niedrigeren

- pH-Werten verschieben
- Zusatz von Pufferlösung für Basen oder Salicylsäure / Benzoesäure im stöchiometrischen Überschuss und ausreichender Säurestärke: für z.B. aminische Basen, die den pH-Wert anheben
- Arbeiten mit Nachdriftkorrektur, wobei die Titration zeitkontrolliert abgebrochen wird und über einige Minuten der Mehrverbrauch erfasst wird, dadurch kann die nach der Titration vorliegende Drift berechnet werden. Diese Nachdrift wird dann zur Korrektur der gefundenen Wassermenge herangezogen.
- Nebenreaktion verlangsamen („einfrieren“) durch Titration in der Kälte: in einer thermostatisierbaren Zelle, die an einen Umwälzthermostat angeschlossen wird bei z.B. $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Hierbei ist die Anpassung der Titrationsparameter an die niederen Temperaturen zu beachten.
- Differenz bilden zwischen dem Iodverbrauch für das in der Probe enthaltene Reduktionsmittel und dem Gesamtiodverbrauch für Wasser und Reduktionsmittel
- mit Überschuss an SO_2 gegebenenfalls das enthaltene Oxidationsmittel z.B. Cl_2 vorab reduzieren: z.B. indem die Probe mit einem Solvent eines 2-Komponenten-Reagenzes behandelt wird
- Maskieren/Eliminieren der Störkomponente z.B. bei Thiolen durch Zugabe von N-Ethylmaleinimid möglich
- Ausheizmethode mit KF-Ofen bei Proben anwenden deren Wasser abgegeben wird und deren Störkomponenten bei dieser Temperaturthermostabil sind

DIE WICHTIGSTEN STÖRSUBSTANZEN SIND:

Aldehyde und Ketone

Diese beiden Verbindungsklassen bilden mit dem Methanol des Karl-Fischer-Reagenzes unter Wasserabspaltung Acetale respektive Ketale.



Bei Aldehyden nimmt die Reaktivität mit steigender Kettenlänge ab. Aromatische Aldehyde reagieren langsamer als aliphatische Aldehyde. Acetaldehyd reagiert am schnellsten und bereitet die meisten Probleme. Auch hier keine Regel ohne Ausnahme, Formaldehyd und Chloral bilden keine Acetale und können störungsfrei titriert werden. Ketone sind weniger reaktiv als Aldehyde. Auch hier nimmt die Reaktivität

mit zunehmender Kettenlänge ab. Am schnellsten verläuft die Ketalbildung bei Aceton und Cyclohexanon. Als stabil gelten (keine Ketalbildung) Diisopropylketon, Benzophenon, Desoxybenzoin, Benzil, Benzoin Campher, Alizarin, Dibenzalacetone und Dichlortetrafluoracetone. Die Acetal- und Ketalbildung wird auch durch den vorhandenen Alkohol beeinflusst.

Mit zunehmender Kettenlänge nimmt auch hier die Reaktionsgeschwindigkeit ab. Dies bedeutet, dass Methanol am schnellsten reagiert. Um Acetal- respektive Ketalbildungen zu verhindern, bestehen mehrere Möglichkeiten:

- a) Man verwendet spezielle, dafür bezeichnete KF-Reagenzien.
- b) Man arbeitet mit methanolfreien KF-Reagenzien. Methanol wird durch einen höheren Alkohol, z.B. 2-Methoxyethanol, ersetzt.
- c) Man nutzt die verschiedenen Reaktionsgeschwindigkeiten aus und verlangsamt die Acetal- respektive Ketalbildung so stark, dass sie während der Titration nicht stört. Dies wird erreicht, indem man bei $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ titriert. Dabei wird auch die Bisulfitaddition eingefroren (siehe nachfolgenden Abschnitt).
- d) Man bestimmt die nach der Titration vorliegende Zellendrift und korrigiert über die Messdauer den Verbrauch (Volumetrie) oder die Wassermenge (Coulometrie).

Bei Aldehyden kann eine zweite Reaktion – die Bisulfitaddition – stören. Hier wird aber H_2O verbraucht, so dass die gefundenen Wassergehalte zu niedrig sein können.



Diese Nebenreaktion kann durch Verwendung von speziellen Reagenzien und schnelles Arbeiten weitestgehend minimiert werden.

Phenole

In dieser Klasse befinden sich Substanzen, die sich unterschiedlich titrieren lassen. Während die einen problemlos titrierbar sind, gehen andere Nebenreaktionen ein, die sich jedoch bei optimierter Arbeitsweise unterdrücken lassen. Bei der volumetrischen Titration werden in der Regel kombinierte Reagenzien eingesetzt. Nicht alle Phenole lassen sich coulometrisch titrieren. Die Nebenreaktionen treten hier verstärkt auf und in einigen Fällen verunmöglichen Belegungen der Anode eine Bestimmung. Die Nebenreaktionen erzeugen in der Regel einen erhöhten Iodverbrauch (Oxidation der Substanz), der einen zu hohen Wasseranteil vortäuscht. Dieser Iodverbrauch

ist pH-abhängig und lässt sich in einigen Fällen durch die Zugabe von Salicylsäure unterdrücken. Bei einigen Phenolen ist aber die Salicylsäurezugabe unwirksam. Zugewetztes Wasser zeigt Wiederfindungsraten von 120...140%. Wir empfehlen deshalb, bei kritischen Phenolen die Bestimmung mittels Wasserzusatz zur austitrierten Probe zu verifizieren.

Starke Säuren

Starke Säuren können mit dem im KF-Reagenz enthaltenen Methanol reagieren und dabei Wasser freisetzen:



Durch die starken Säuren wird aber auch der pH-Wert der Reaktionslösung so stark erniedrigt, dass die KF-Reaktion nicht mehr oder ungenügend abläuft. Durch Zusatz einer Base (z.B. Imidazol) kann man das Reaktionsgemisch abpuffern und den pH-Wert wieder in den optimalen Bereich bringen. Mit dieser Maßnahme treten dann auch bei starken Mineralsäuren (z.B. H_2SO_4 oder HNO_3) keine Veresterungen mehr auf.

Organische Säuren

Die Wasserbestimmung in Carbonsäuren ist meistens problemlos durchführbar. Stärkere Säuren müssen vor der Titration neutralisiert werden (z.B. durch Zusatz von Imidazol in der Vorlage), damit der pH-Wert des KF-Systems nicht zu stark absinkt.

Von den organischen Säuren verestert Ameisensäure am stärksten, Essigsäure verestert nur noch teilweise. Methanol wird am schnellsten verestert. Mit Propanol und/oder 2-Methoxyethanol werden langsamere Reaktionsgeschwindigkeiten erreicht.

Chloressigsäure, Dichloressigsäure, Trichloressigsäure und Bromessigsäure neigen wie Essigsäure ebenfalls zu Veresterung – es entsteht Wasser. Als Vorlage wird für diese Säuren z.B. Methylglycol verwendet und sie werden mit einem methanolfreien Titriermittel titriert. Die meisten organischen Säuren können volumetrisch oder coulometrisch titriert werden. (Ausnahme Propionsäure – diese zeigt bei der coulometrischen Titration eine deutliche Veresterung). Mit zunehmender Kettenlänge nimmt die Veresterungstendenz ab. Langkettige Carbonsäuren/Fettsäuren sind bei Raumtemperatur in Methanol zu wenig löslich. Um das Lösungsverhalten zu verbessern, kann in der Wärme (z.B. bei 40...50 °C) oder unter Zusatz von Lösungsvermittlern (Propanol, Chloroform) titriert werden, z.B. für Stearin- und Palmitinsäure.

Die folgenden organischen Säuren wurden titriert:

Propionsäure, Buttersäure, 2-Ethylhexansäure, Mandelsäure, Zimtsäure, Milchsäure, Malonsäure, Maleinsäure, Fumarsäure, Weinsäure, Citronensäure, Benzoesäure, Salicylsäure, Naphthalincarbonsäure, Indolcarbonsäure, Nicotinsäure, Äpfelsäure, Brenztraubensäure, Lävulinsäure und Sulfanilsäure.

Ameisensäure bildet eine Ausnahme. Neben der Veresterung tritt auch eine Iodoxidation durch das KF-Titriermittel auf. Aus diesem Grund werden Reagenzien für Ketone und Aldehyde benötigt. Die Probenmenge darf maximal 1 mL betragen. Bei größeren Probeneinmaßen treten Nebenreaktionen auf.

Terephthalsäure ist schwer löslich und ihr Wassergehalt wird am besten nach der Ausheizmethode (200 °C) bestimmt. Das gleiche gilt für die meisten Aminosäuren (Ausheiztemperatur 140...160 °C) (werden unlösliche Substanzen in Suspension titriert, wird nur das Oberflächenwasser erfasst).

Organische Basen

Alle organischen Basen sind Stickstoffverbindungen. Sie umfassen aliphatische und aromatische Amine, Heterocyclen, Amide und Imine. Nach ihrem Verhalten kann man drei Gruppen unterscheiden:

Schwache Basen, starke Basen und Substanzen, die chemische Störungen verursachen. Schwache Basen mit pKB-Werten > 8 bereiten normalerweise keine Probleme. Sie verhalten sich wie Kohlenwasserstoffe und können wie diese titriert werden (Löslichkeit in Methanol beachten, eventuell als Lösungsvermittler Propanol oder Decanol zugeben). Starke Basen mit pKB-Werten < 8 können dadurch Schwierigkeiten bereiten, dass sie den pH-Wert des KF-Systems erhöhen. Dadurch kann die Titration verzögert oder gar unmöglich werden. Es ist daher von Vorteil, wenn sie vorneutralisiert werden. Dazu gibt man in die Vorlage einen Überschuss an Benzoesäure (z.B. 5 g), titriert trocken und setzt dann die Probe zu (auch grosse Überschüsse an Benzoesäure stören die Titration nicht).

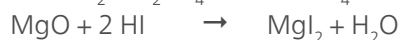
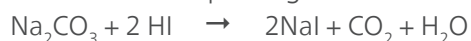
Alkoholate

Natriummethylat reagiert stark alkalisch. In 30 mL Methanol (in der Vorlage) werden 5 g Benzoesäure gelöst, trocken titriert und dann ca. 2 g Probe zugegeben.

Oxide, Hydroxide Carbonate, und Hydrogencarbonate

Während der KF-Titration entstehen Methylschwefel-

säure und Iodwasserstoffsäure. Diese sind zwar an die Base angelagert, bilden aber immer noch schwache Säuren, die mit den oben genannten Verbindungen unter Wasserabspaltung Salze bilden:



In Hydroxiden und Carbonaten wird deshalb das Wasser nach der Ausheizmethode bestimmt.

Beispiele:



Eine Ausnahme bildet Kalk/Kreide (CaCO_3). Das Wasser kann hier durch volumetrische Direktbestimmung in Methanol titriert werden – allerdings nur, wenn nach jeder Bestimmung die Vorlage gewechselt wird, da sonst die Nebenreaktion auftritt.

Bei den Oxiden gehen nicht alle eine Säurereaktion ein. Eine Reaktion ergeben neben den Alkali- und Erdalkalioxiden Ag_2O , HgO , MnO_2 , PbO , PbO_2 und ZnO . Wir empfehlen, das Wasser in diesen Verbindungen mit der Ofenmethode zu bestimmen.

Unlösliche Oxide, z.B. geblühtes Eisen(III)-oxid oder Aluminiumoxid verhalten sich inert. Sie gehen mit den KF-Reagenzien keine Reaktion ein.

Thiole (Mercaptane), Thioester, Cysteine und Sulfide

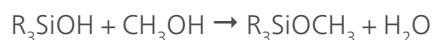
Die freien SH-Gruppen dieser Stoffgruppen werden durch das Iod der Karl-Fischer-Reagenzien rasch und quantitativ oxidiert. Die Nebenreaktion kann durch Anlagerung der SH-Gruppe an, im stöchiometrischen Überschuss, vorliegendem N-Ethylmaleinimid verhindert werden. Eine Mindestreaktionszeit von 5 Minuten und ausreichende Pufferung mit Puffer Acid ist einzuhalten.

Eine andere Methode besteht darin, ihren Anteil durch potentiometrische Titration mit AgNO_3 separat zu bestimmen und bei der Berechnung des Wassergehaltes zu berücksichtigen (1 ppm Mercaptan-S entspricht ca. 0.5 ppm H_2O).

Lösliche Sulfide werden durch das KF-Reagenz zu Schwefel oxidiert. Da die Reaktion nicht stöchiometrisch verläuft, ist die direkte Wasserbestimmung nach Karl Fischer nicht möglich.

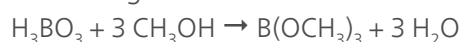
Silanole/Siloxane

Die endständigen Silanolgruppen verestern mit dem in den KF-Reagenzien enthaltenen Methanol, dabei wird Wasser freigesetzt. Zur Wasserbestimmung in diesen Substanzen müssen methanolfreie KF-Reagenzien verwendet werden.



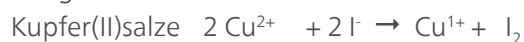
Borverbindungen

Borsäure reagiert mit Methanol unter Veresterung und Wasserabgabe:



Ebenso verhalten sich Bortrioxid (B_2O_3), Metaborsäure (HBO_2) und Borax / Natriumtetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$). Die Veresterungsgeschwindigkeit nimmt mit zunehmender Kettenlänge des Alkohols ab (Methanol verestert am schnellsten).

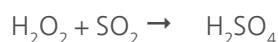
Metallsalze die entweder Iod reduzieren oder Iodid oxidieren stören die Karl-Fischer-Titration (z.B. Cu-II-Salze oxidieren Iodid zu Iod). Nebenreaktionen können in Anlehnung an iodometrische Titrations entweder durch Vorversuche im schwach saurem Medium mit Iodlösung oder Kaliumiodidlösung ermittelt werden oder durch Beurteilung der Redoxpotentiale der Redoxpaare der elektrochemischen Spannungsreihe.



In der Regel wird für die Bestimmung des Wassergehaltes von Metallsalzen die Ausheizmethode (Ofenmethode) angewendet. Wobei mit einem trockenen Gasstrom das in der Hitze freigesetzte Wasser in die Titrierzelle überführt wird, so dass die Probe nicht mit dem Karl-Fischer-Reagenz in Kontakt kommt.

Peroxide

Wasserstoffperoxid und seine Additionsprodukte reagieren mit dem Schwefeldioxid des KF-Reagenzes nach dem folgenden Schema:



Es wird also weder Wasser noch Iod verbraucht und auch nicht gebildet. Die Wasserbestimmung wird nicht beeinflusst. Da aber mit H_2O_2 Schwefelsäure entsteht, sollte diese durch Zugabe von Imidazol neutralisiert werden.

Metallperoxide

Diese bilden mit KF-Lösungen Wasser und können nicht direkt titriert werden. In einigen Fällen kann die Ofenmethode eingesetzt werden sofern die Substanzen ihr H_2O bei $< 250\text{ }^\circ\text{C}$ abgeben.

Organische Peroxide

Die wichtigste Voraussetzung für die Analytik organischer Peroxoverbindungen ist ein genügend großer Überschuss an SO_2 im KF-System. Ist dies nicht der Fall, wird die KF-Reaktion durch einen Mangel an SO_2 unterbunden. Da auch starke Säuren entstehen können, muss auch ein genügender Vorrat an Basen vorhanden sein (Pufferung). Das Wasser in diesen Verbindungen wird deshalb generell volumetrisch und mit getrennten Reagenzien bestimmt. Organische Peroxide reagieren verschieden schnell und unterschiedlich mit KF-Reagenzien. Um sie trotzdem titrieren zu können, wird bei tiefen Temperaturen gearbeitet, um mögliche Nebenreaktionen «einzufrieren», also so stark zu verlangsamen, dass diese nicht mehr stört. Dialkylperoxide, Diacylperoxide und Perester bilden Iod. Die Reaktion verläuft aber langsam und kann bei tiefen Temperaturen «eingefroren» werden. Die zu wählende Titrationstemperatur ist produktspezifisch und kann bis zu $-60\text{ }^\circ\text{C}$ betragen.

Allgemeine Vorschrift:

Im Titriergefäß werden 25...30 mL KF-Lösungsmittel vorgelegt, auf $-20\text{ }^\circ\text{C}$ bis $-60\text{ }^\circ\text{C}$ abgekühlt und mit Iodlösung trocken titriert. Man gibt die Probe zu und titriert bei der gleichen (tiefen) Temperatur deren Wassergehalt.

Oxidationsmittel

Diese setzen aus den Iodiden der KF-Reaktion elementares Iod frei und täuschen so einen zu niedrigen Wassergehalt vor.

Elementares Chlor und Brom setzen ebenfalls Iod frei. Hier wird die Probe in einen Überschuss von SO_2 eingeleitet und zu Chlorid respektive Bromid reduziert, die nicht mehr stören.

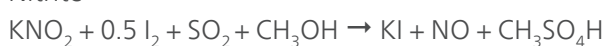
In Dichromaten, Chromaten und Permanganaten wird der Wassergehalt nach der Ofenmethode bestimmt.

Reduktionsmittel

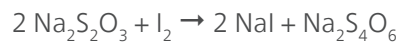
Reduktionsmittel können direkt oder indirekt mit dem Iod der KF-Reagenzien reagieren und so einen zu hohen Wassergehalt vortäuschen.

Beispiele sind:

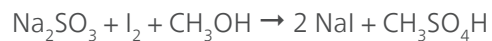
Nitrite



Thiosulfate



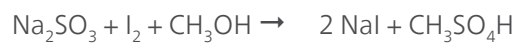
Sulfite



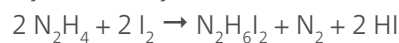
Ascorbinsäure (Vitamin C)



Sulfite



Hydrazin / Hydrazinderivate



In Salzen kann der Wassergehalt meist nach der Ofenmethode bestimmt werden und wird auch für andere Reduktionsmittel wie z.B. Ascorbinsäure verwendet. Alternativ kann die Differenz zwischen dem Iodverbrauch für das in der Probe enthaltene Reduktionsmittel und dem Gesamtiodverbrauch für Wasser und Reduktionsmittel gebildet und das Resultat damit korrigiert werden.

Natriumsulfit (Na_2SO_3), Natriumdisulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) und Natriumthiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) reagieren quantitativ mit Iod. Diese Substanzen werden in Pyridin/Methanol gelöst und zuerst mit Iodlösung titriert. Dann setzt man die Pyridin-Schwefeldioxid-Komponente (das Lösemittel des Zweikomponentenreagenzes) zu und titriert das Wasser ab.

Substanzklassen ohne Nebenreaktionen:

In der Regel verursachen folgende Substanzklassen keine Nebenreaktionen:

- Alkohole
- Ester
- Ether
- Kohlenwasserstoffe
- Halogenierte Kohlenwasserstoffe
- Ungesättigte und mehrfachungesättigte Kohlenwasserstoffe (Alkene, Alkine, konjugierte Doppelbindungen)
- Aromatische Kohlenwasserstoffe
- Amide

Quellenangaben

Metrohm Monographie 8.026.5011 – Wasserbestimmung durch Karl-Fischer-Titration
Peter Bruttel, Regina Schlink Metrohm AG, CH-9101 Herisau, Schweiz, 2006

HYDRANAL-Praktikum Wasserreagenzien nach Eugen Scholz für die Karl-Fischer-Titration
Sigma-Aldrich, Seelze, 2006

Scholz, E. - Karl-Fischer-Titration. Methoden zur Wasserbestimmung
Springer, Berlin 1984 ISBN 3-540-12846-8

Wieland, G. - Wasserbestimmung durch Karl-Fischer-Titration. Theorie und Praxis
GIT-Verlag, Darmstadt 1985 ISBN 3-921956-51-X



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