



Application Note AN-K-072

34433 HYDRANAL™ NEXTGEN Coulomat AG-FI

Testmessungen mit imidazolfreiem Reagenz für die coulometrische Karl-Fischer-Titration

Die Reaktionskonstante der Karl-Fischer-Reaktion hängt vom pH-Wert ab. Daher enthalten Karl-Fischer-Reagenzien Puffersubstanzen, um einen stabilen pH-Wert und damit eine stabile Reaktion zu gewährleisten. Imidazol wird häufig als Puffer in KF-Reagenzien verwendet. Im Jahr 2012 wählte die Europäische Union Imidazol zur Stoffbewertung aus, um zu klären, ob es ein Risiko für die menschliche

Gesundheit oder die Umwelt darstellt. Im Jahr 2015 wurde Imidazol als CMR-Stoff eingestuft und die Angabe H360D (kann das Kind im Mutterleib schädigen) hinzugefügt. Inzwischen sind andere imidazolfreie Reagenzien im Handel erhältlich. Diese Application Note fasst Testmessungen mit 34433 HYDRANAL™ NEXTGEN Coulomat AG-FI zusammen.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Es wurden drei verschiedene Wasserstandards verwendet:

1. 34828 HYDRANAL™ Wasserstandard 1.0
2. 34446 HYDRANAL™ Wasserstandard 0,1 PC
3. 34748 HYDRANAL™ Wasserstandard KF-Ofen 220–230 °C

Die flüssigen Wasserstandards wurden in eine Spritze aufgezogen und direkt in die Titrierzelle injiziert. Der Ofenstandard wurde in ein Probenfläschchen eingewogen und mit einem Septumdeckel verschlossen.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Eine Reihe von Messungen ($n = 6$) wurde mit den beiden Flüssigkeitsstandards (**1** und **2**; verschiedene Probengrößen zwischen 0,5–2,9 g) mit einer Generatorelektrode ohne Diaphragma durchgeführt. Die Messungen wurden mit einer Generatorelektrode mit Diaphragma wiederholt. Der Kathodenraum war

mit 5 mL 34840 HYDRANAL™ Coulomat CG gefüllt. Zusätzlich wurde eine 6-fache Bestimmung mit dem Ofenstandard (**3**; verschiedene Probengrößen zwischen 50–70 mg) bei einer Ofentemperatur von 230 °C durchgeführt.

ERGEBNISSE

In den folgenden drei Tabellen sind die Ergebnisse der

Messungen aufgeführt.

Tabelle 1. Ergebnisse der Messungen ($n = 6$) mit einer Generatorelektrode ohne Diaphragma.

Standard	Wiederfindungsrate	s(abs)	s(rel)
1 (1000 ppm)	100.1%	0.056%	0.06%
2 (100 ppm)	104.9%	0.654%	0.62%

Tabelle 2. Ergebnisse der Messungen ($n = 6$) mit einer Generatorelektrode mit Diaphragma.

Standard	Wiederfindungsrate	s(abs)	s(rel)
1 (1000 ppm)	100.9%	0.298%	0.30%
2 (100 ppm)	104.1%	1.446%	1.41%

Tabelle 3. Ergebnisse der Messungen ($n = 6$) mit einer Generatorelektrode mit Diaphragma.

Standard	Wiederfindungsrate	s(abs)	s(rel)
3 (5.55%)	99.29%	0.325%	0.33%

FAZIT

Die Ergebnisse zeigen, dass mit dem imidazolfreien Reagenz genaue und reproduzierbare Ergebnisse erzielt werden. Die Wiederfindungsraten liegen innerhalb des erwarteten Bereichs von 97-103 % (1000 ppm und prozentualer Wassergehalt; Standard **1** und **3**) und 90 bis 110 % (100 ppm Wasser; Standard **2**). Aufgrund des geringeren Wassergehalts

des 100-ppm-Standards **2** sind die relativen und absoluten Standardabweichungen im Vergleich zum 1000-ppm-Standard **1** höher, liegen aber in einem akzeptablen Bereich. Eine Anpassung der Methodenparameter ist nicht erforderlich. Es können die Standardparameter verwendet werden.

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



OMNIS Titrator KF

Der OMNIS Titrator KF bietet Ihnen das komplette Paket für volumetrische Karl-Fischer-Titration. Im Paket enthalten ist der OMNIS Basic Titrator mit Magnetrührer für die potentiometrische Endpunktstirration, die Funktionslizenz KFT mit Konditionieren, das OMNIS Solvent Module und das komplette Zubehör für die volumetrische Karl-Fischer-Titration.

Profitieren Sie von der einzigartigen Benutzerfreundlichkeit mit dem automatischen Titrationsstart nach der Probenzugabe und maximaler Sicherheit dank kontaktfreiem Reagenzhandling mit dem 3S-Liquid Adapter und OMNIS Solvent Module.

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.