



Application Note AN-K-068

Determinazione del contenuto d'acqua e titolazione acido-base in parallelo

Determinazione affidabile e riproducibile del contenuto di acqua in parallelo a una titolazione potenziometrica acquosa

RIASSUNTO

La determinazione del contenuto d'acqua tramite titolazione volumetrica Karl Fischer è una delle analisi più importanti in tutto il mondo. Utilizzando un sistema OMNIS composto da un titolatore OMNIS e da un OMNIS Sample Robot, è possibile l'analisi completamente automatica del contenuto d'acqua in vari prodotti e matrici. L'OMNIS Sample Robot è in grado di eseguire varie titolazioni diverse in parallelo.

In questa Application Note presentiamo i risultati di una titolazione Karl Fischer volumetrica eseguita in parallelo a una titolazione acido-base acquosa sullo stesso sistema. Il contenuto d'acqua non è influenzato dalla titolazione acquosa eseguita in parallelo, consentendo la combinazione di titolazioni potenziometriche e titolazioni Karl Fischer sullo stesso sistema automatizzato.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Questa applicazione è dimostrata su tartrato di sodio diidrato certificato con un contenuto di acqua del

15,71% $\pm$ 0,07%. Non è richiesta alcuna preparazione del campione.

Le determinazioni vengono effettuate su un sistema automatizzato composto da un OMNIS Sample Robot S con funzionalità Dis-Cover, OMNIS Dosing Module, e un OMNIS Professional Titrator (dotato di doppio elettrodo Pt-wire per sistemi automatizzati per KFT e dEcotrode plus per titolazione acido-base).

Il campione viene pesato nel becher per campioni, che viene quindi coperto con il coperchio DIS-cover e posizionato sul rack. Il robot campione OMNIS porta

automaticamente il becher alla workstation e lo scopre appena prima dell'analisi. Viene aggiunta automaticamente una miscela di solventi costituita da metanolo, imidazolo e anidride solforosa e il campione viene titolato con un titolante monocomponente fino al punto finale.

Parallelamente, è stata eseguita una titolazione acido-base acquosa su una seconda workstation sullo stesso robot campione OMNIS.

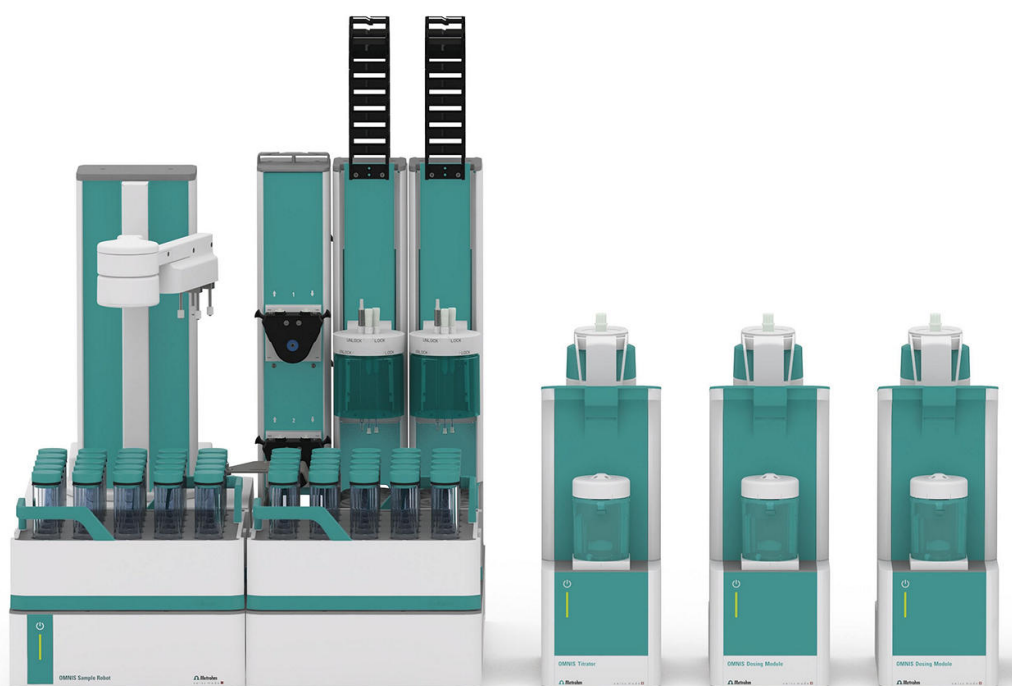


Figura 1. Sistema OMNIS automatizzato per la titolazione Karl Fischer volumetrica in parallelo e la titolazione acido-base acquosa composto da un OMNIS Sample Robot, OMNIS Dosing Module e OMNIS Titrator Professional dotato di un elettrodo Pt-wire per sistemi automatizzati e un dEcotrode plus.

RISULTATI

Poiché l'attenzione è rivolta alla riproducibilità dei risultati KF durante l'esecuzione della titolazione acido-base in parallelo, qui presentiamo solo i risultati KFT. Si ottengono risultati riproducibili per il

contenuto di acqua. Per il tartrato di sodio diidrato testato si trova un contenuto di acqua del 15,67% ($n = 6$, $SD(\text{rel}) = 0,3\%$), che è ben all'interno del contenuto di acqua certificato dato.

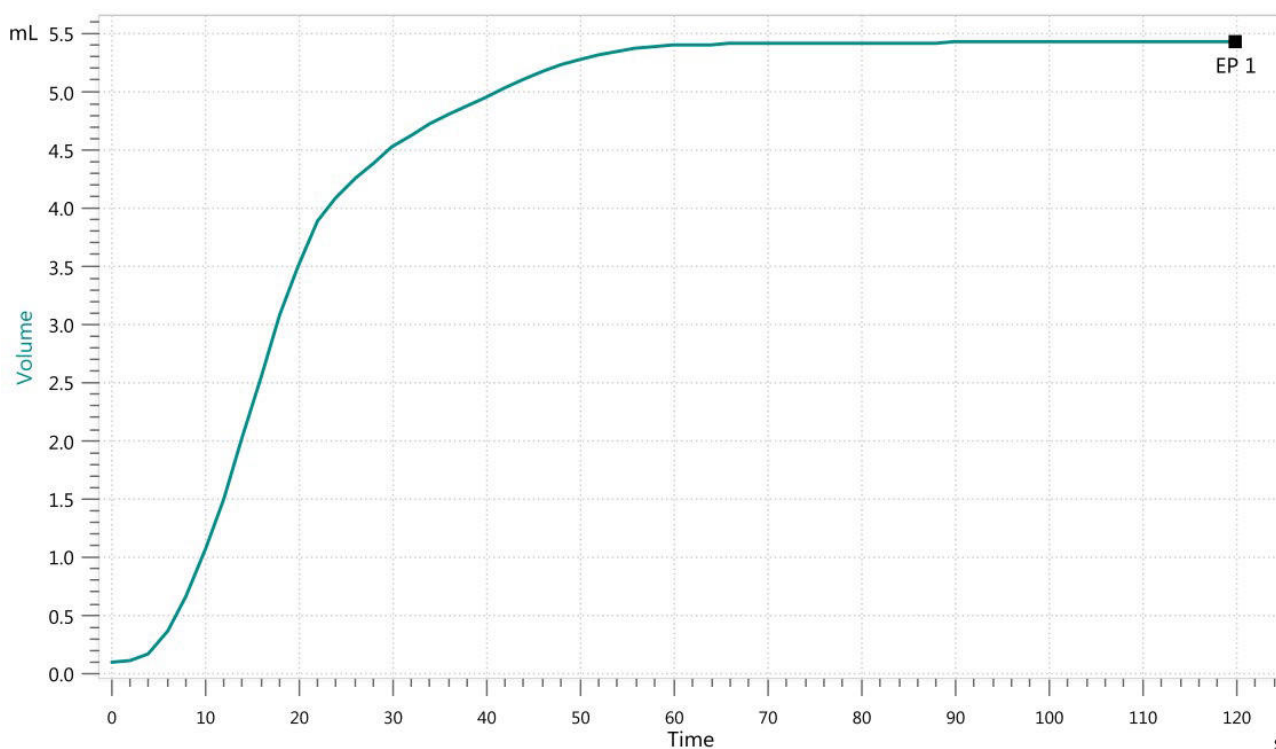


Figura 2. Curva di titolazione della determinazione del contenuto d'acqua in tartrato di sodio diidrato.

CONCLUSIONE

La titolazione Karl Fischer è un metodo preciso e affidabile per la determinazione del contenuto d'acqua di un campione. Questo studio mostra che è possibile una determinazione parallela del contenuto d'acqua oltre alla titolazione acido-base acquosa potenziometrica su un sistema OMNIS automatizzato.

La determinazione potenziometrica non interferisce con la titolazione Karl Fischer.

È possibile una determinazione affidabile del contenuto d'acqua durante l'esecuzione di titolazioni acquose in parallelo con la titolazione Karl Fischer sullo stesso sistema OMNIS.

Internal reference: AW ISE CH-0180-122021

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Modulo principale Pick and Place S

Modulo principale per l'ampliamento di un OMNIS SampleRobot Pick&Place della misura S. Questo modulo include supporto per moduli e rack. È già equipaggiato con il sollevamento principale e una pinza. Per l'ampliamento a un SampleRobot funzionale, oltre a rack dei campioni e dita di presa, sono necessarie anche delle postazioni di lavoro, come il modulo Pick&Place o un modulo pompa. La scelta di questi componenti viene effettuata in base all'applicazione.



Modulo Pick and Place

Modulo per l'installazione nel supporto moduli dell'OMNIS Sample Robots Pick&Place. Questa stazione di lavoro preleva il beaker per campioni per l'analisi. Tra le analisi, i sensori utilizzati vengono puliti o parcheggiati nel beaker di stoccaggio del modulo Pick&Place. Se durante l'analisi è necessaria l'agitazione, per questa stazione di lavoro deve essere utilizzato un agitatore a elica separato.



Modulo pompa peristaltico (2 canali)

Modulo per l'installazione nel supporto moduli dell'OMNIS Sample Robots Pick&Place. Questa stazione di lavoro è dotata di una pompa di lavaggio e di aspirazione. Vengono utilizzate per pulire i sensori in un modulo Pick&Place e per svuotare il beaker per campioni dopo l'analisi prima di rimetterlo sul rack.



OMNIS Rod Stirrer Sample Robot

Agitatore con cavo montato fisso (2,5 m) per il collegamento diretto all'OMNIS Sample Robot.



OMNIS Professional Titrator senza agitatore

Titolatore OMNIS potenziometrico, innovativo e modulare per la titolazione a punto finale e la titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica). Grazie a Liquid Adapter con tecnologia 3S, la gestione delle sostanze chimiche è più sicura che mai. Il titolatore è configurabile liberamente con moduli di misura e unità cilindro e, in caso di necessità, può essere ampliato con un agitatore. Inclusa la licenza di funzionamento "Professional" per la titolazione parallela con ulteriori moduli di titolazione e dosaggio.

- Comando tramite PC o rete locale
- Possibilità di collegare fino ad altri quattro moduli di dosaggio e titolazione per ulteriori applicazioni o soluzioni ausiliarie
- Ampliabile con agitatore magnetico e/o a elica
- Disponibili varie grandezze del cilindro: 5, 10, 20 o 50 mL
- Liquid Adapter con tecnologia 3S: gestione sicura delle sostanze chimiche, trasferimento automatico dei dati del reagente originale del produttore

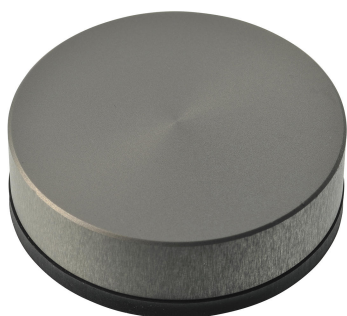
Modalità di misura e opzioni del software:

- Titolazione a punto finale: licenza di funzionamento "Basic"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica): licenza di funzionamento "Advanced"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica) con titolazione parallela quintupla: licenza di funzionamento "Professional"



OMNIS Dosing Module senza agitatore

Modulo di dosaggio per il collegamento a un titolatore OMNIS per l'ampliamento di un'ulteriore buretta per titolazione/dosaggio. Ampliabile con un agitatore magnetico o a elica per l'utilizzo come stand di titolazione separato. Unità cilindriche a scelta libera da 5, 10, 20 o 50 mL.



Coperchio KF Dis-Cover per beaker per campioni OMNIS da 120 mL, 16 pezzi

Coperchio con guarnizioni per la titolazione Karl Fischer volumetrica in beaker di campioni 6.01400.200, 6.01400.300 e 6.01400.303 nel sistema OMNIS Sample Robot Pick&Place.



Rack dei campioni OMNIS, 16 x 120 mL, (PP)

Rack dei campioni OMNIS per OMNIS Sample Robot Pick&Place adatto a 16 beaker per campioni. Possono essere utilizzati i seguenti beaker per campioni: 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303. Plastica: polipropilene (PP)



Unità cilindro OMNIS da 20 mL

Unità cilindro intelligente da 20 mL per un titolatore, modulo di titolazione o Dosing Module OMNIS. Include tubi dosatori e punta di buretta antidiffusione.

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE



Licenza OMNIS Stand-Alone

Consente l'utilizzo stand-alone del software OMNIS su un computer Windows™.

Caratteristiche:

- la licenza contiene già una licenza per strumenti OMNIS.
- Deve essere attivata tramite il portale licenze Metrohm.

OMNIS Stand-Alone: 1 licenza per strumento

1 licenza per strumento per l'uso di un ulteriore strumento OMNIS per OMNIS Stand-Alone.

Sono supportati i seguenti strumenti:

- Strumenti OMNIS
- Strumenti USB Metrohm
- Strumenti RS-232 (per es. bilancia)

Licenza di funzionamento KFT con condizionamento

Licenza di funzionamento per la titolazione Karl Fischer volumetrica con condizionamento per un sistema di titolazione OMNIS.

Elettrodo a doppio filo di platino per campionatore (cavo fisso)

Elettrodo indicatore (diametro = 5,3 mm, cavo fisso da 2 m), utilizzato per la titolazione Karl Fischer automatica.



dUnitrode con Pt1000

Elettrodo per pH combinato digitale per OMNIS con sensore di temperatura Pt1000 integrato. È adatto in particolare a:

- misure del pH e titolazioni in campioni difficili, viscosi o alcalini
- temperature elevate
- misure lunghe

Il diaframma fisso a smeriglio è insensibile alle impurità.

Elettrolita di riferimento: $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$, conservazione in una soluzione di conservazione.

In alternativa: elettrolita di riferimento per misure a $T > 80 \text{ °C}$: Idrolyte, conservazione in Idrolyte.

Gli elettrodi dTrode possono essere utilizzati con i titolatori OMNIS.