



qi technologies

---

distributore di:

▲ MITSUBISHI CHEMICAL ANALYTECH

**Qi S.r.l.**

**Sede legale**

via Stesicoro, 148  
00125 Roma

**Sede operativa**

via Monte d'Oro, 2/A  
00071 Pomezia - RM

R.E.A. RM 772020

Cap. Soc. € 15.300,00

C.F. / P.IVA 04445131008

Reg. Imp. Roma 04445131008

t +39 06 9105461

f +39 06 9105497

[www.qitech.it](http://www.qitech.it)

# LA TITOLAZIONE KF IN BREVE

## LA TITOLAZIONE KF IN BREVE

### CHE COS'È IL METODO DI KARL FISCHER?

Come mostrato nella Formula (1), il metodo di Karl Fischer utilizza un reattivo che reagisce quantitativamente e selettivamente con l'acqua, per misurare il contenuto di umidità. Il reattivo di Karl Fischer è costituito da iodio, biossido di zolfo, una base ed un solvente (normalmente un alcool).



Questa reazione è comune sia ai sistemi di titolazione volumetrici che coulometrici.

**Range pH ottimale:**  
pH 5 ÷ 7  
Per mantenere il pH nel range ottimale si usa imidazolo: pH 5 ÷ 7.  
In passato si usava piridina: pH 4 ÷ 5 = reazione più lenta.

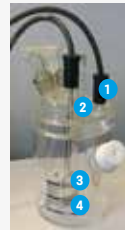
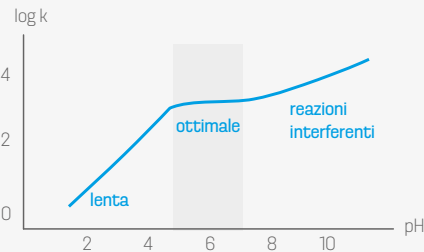
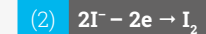


Foto di cella elettrolitica senza diaframma:  
1. Elettrodo di misura; 2. Elettrodo generatore;  
3. Catodo; 4. Anodo.

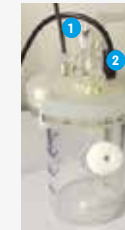
### TITOLAZIONE COULOMETRICA

Nella titolazione coulometrica il campione viene aggiunto ad una soluzione elettrolitica, i cui principali componenti sono ioni ioduro, biossido di zolfo, una base e un solvente (alcool). L'ossidazione elettrolitica provoca la produzione di iodio, come mostrato nella Formula (2), con una conseguente immediata reazione secondo Karl Fischer.



Secondo la legge di Faraday, lo iodio è prodotto in proporzione alla quantità di energia elettrica.

Ciò significa che il contenuto di acqua può essere determinato immediatamente dalla quantità di coulomb necessari per l'ossidazione elettrolitica. **1 mg di acqua = 10,71 Coulomb.** In caso di cella con diaframma sono richiesti due tipi di reagenti: un anolita, che è posto nella camera dell'anodo della cella di elettrolisi, e un catolita, che è posto nella camera del catodo. In caso di cella senza diaframma il reagente è uno solo. Il reattivo coulometrico non necessita di essere verificato nella sua concentrazione in quanto lo iodio è prodotto sul momento.



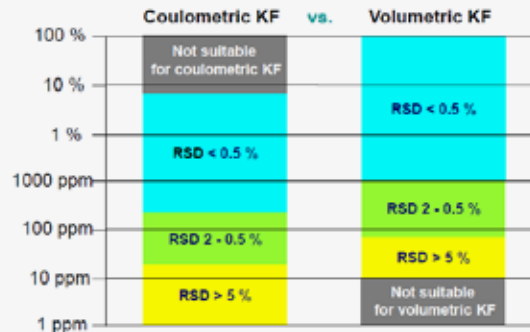
1. Tubicino dosaggio reattivo KF; 2. Elettrodo di misura

### TITOLAZIONE VOLUMETRICA

Un solvente con basso tenore di umidità, adatto alla dissoluzione del campione, viene posto nel bicchiere di titolazione. Il titolante viene utilizzato per rimuovere tutta l'umidità residua dal solvente. Viene quindi aggiunto il campione. La titolazione viene eseguita mediante una soluzione il cui titolo (in mg di H<sub>2</sub>O/mL) è stato precedentemente determinato dosando uno standard a concentrazione nota di acqua. Il contenuto di umidità del campione è calcolato misurando il volume di titolante utilizzato. Il punto finale viene determinato tramite un elettrodo con doppio puntale in platino misurando la tensione di polarizzazione a corrente costante. La figura mostra i componenti di un tipico sistema di titolazione volumetrica automatica.

## COME SCEGLIERE LO STRUMENTO CORRETTO PER L'ANALISI DELL'UMIDITÀ SECONDO KARL FISCHER

Scegliere il metodo di misura (coulometrico o volumetrico) a seconda del contenuto di umidità atteso		Scegliere le opzioni in caso di insolubilità o reazioni secondarie	
Contenuto di umidità previsto dello 0,5% o meno e campione liquido o che si scioglie nel solvente di Karl Fischer. Non si ha necessità di gestione di ID, password e non si deve seguire la CFR21 parte 11.	<b>CA-31</b> KF coulometrico	Campione solido o in polvere o con reazioni secondarie con reattivo o solvente di KF.	Fornetto per estrazione umidità (1 campione alla volta) VA-200 (>5 ppm) o VA-230 (>30 ppm)
Contenuto di umidità previsto dello 0,5% o meno e campione liquido o che si scioglie nel solvente di Karl Fischer. Si ha necessità di gestione di ID, password o si deve seguire la CFR21 parte 11.	<b>CA-310</b> in versione KF coulometrico	Contenuto di umidità in prodotti petroliferi o appiccicosi (olio lubrificante, grasso, bitume, resine).	Fornetto per estrazione umidità specifico (VA-210)
Contenuto di umidità previsto dello 0,5% o più e campione liquido o che si scioglie nel solvente di Karl Fischer. Non si ha necessità di gestione di ID, password e non si deve seguire la CFR21 parte 11.	<b>KF-31</b> analizzatore di umidità volumetrico	Campioni variabili: con alto e basso contenuto di umidità (pochi campioni).	KF-31 con cella opzionale per KF coulometrico, CA-310 con le due celle in alternativa o in simultanea (2 canali separati ed un'unica postazione di comando)
Contenuto di umidità previsto dello 0,5% o più e campione liquido o che si scioglie nel solvente di Karl Fischer. Si ha necessità di gestione di ID, password o si deve seguire la CFR21 parte 11.	<b>CA-310</b> in versione KF volumetrico	Campioni variabili: tanti campioni con alto e basso contenuto di umidità.	CA-310 in modalità multi purpose (sino a 4 canali in simultanea) o CA-310 con VA-236S con 33 campioni, (>30 ppm)
		Opzione per la sostituzione di reattivo/solvente.	Pompa a membrana CA-31SD
		Collegamento a PC.	CA-31 e KF-31 = software TV-31; CA-310 = collegamento diretto in rete

**LA TITOLAZIONE KF IN BREVE****CONFRONTO RIPETIBILITÀ  
ATTESA DI KF COULOMETRICO E VOLUMETRICO****APPLICAZIONI TIPICHE**

La titolazione secondo Karl Fischer può essere utilizzata con una vasta gamma di sostanze. Come già visto, è un tipo di iodometria basata sulla reazione tra il reagente di Karl Fischer e l'acqua. I risultati saranno in eccesso se il campione contiene sostanze che reagiscono con lo iodio, e in difetto se il campione contiene sostanze che producono iodio, ossidando composti ioduro. Le seguenti tabelle indicano una serie di sostanze che possono essere titolate direttamente, sostanze che non possono essere titolate direttamente ma possono essere analizzate in determinate condizioni e sostanze che reagiscono con i reagenti Karl Fischer e non sono quindi adatte alla titolazione diretta. Anche se una sostanza non può essere titolata direttamente, il suo contenuto di umidità può essere misurato per via indiretta utilizzando un fornello per l'evaporazione dell'acqua o tramite estrazione esterna. In caso di insolubilità in metanolo si può usare una miscela di solventi (per lo zucchero, ad esempio, miscela 1:1 di metanolo e formammide). Aldeidi e chetoni reagiscono con il metanolo e formano acqua. Per titolare questi composti si usano reattivi appositi dove non c'è metanolo.

**ESEMPI DI COMPOSTI CHE POSSONO ESSERE TITOLATI DIRETTAMENTE**

Composti organici
Idrocarburi (saturi, insaturi)
Alcoli, polialcoli, fenoli, eteri
Chetoni inerti (di-isopropil chetone, ecc...)
Aldeidi inerti (formaldeide, cloralio, ecc...)
Acidi organici, acidi idrossilici, aminoacidi
Anidridi acide
Esteri, lattoni, esteri da acidi inorganici
Ammine (pKa <9), alcoli aminoacidi
Proteine, amidi, anilidi
Nitrili, Cianidrine, derivati dell'acido cianidrico
Composti azotati, ossime, acidi idrossamici
Tiocianato, tioeteri, tioesteri
Zuccheri, sali organici e loro idrati

Composti inorganici
Sali inorganici e loro idrati
Acidi inorganici
Composti chelati
Fertilizzanti
Carbonato di calcio
Sali di tungsteno

**ESEMPI DI COMPOSTI CHE POSSONO ESSERE TITOLATI DIRETTAMENTE IN DETERMINATE CONDIZIONI**

Composto	Trattamento
Ammoniaca	Aggiungere acido acetico.
Sali ferrici	Aggiungere 8-idrossichinolina.
Derivati dell'idrazina	Aggiungere acido acetico.
Sali Idrossilammina	Aggiungere anidride solforosa: soluzione di piridina (1:1).
Tiolo (mercaptano)	Evitare interferenze con aggiunta di olefine (ottene, etc.).
Acido solforico	Se l'acido solforico è puro al 92% o superiore, aggiungere un ampio eccesso di piridina e titolare come sale.
Tioacido	Evitare interferenze con l'aggiunta di olefine (ottene, etc.).
Tiourea	Evitare interferenze con l'aggiunta di olefine (ottene, etc.).

**ESEMPI DI COMPOSTI CHE REAGISCONO CON I REAGENTI KARL FISCHER E NON POSSONO ESSERE TITOLATI DIRETTAMENTE**

Composti organici
Sali inorganici e loro idrati
Acidi inorganici
Composti chelati
Fertilizzanti
Carbonato di calcio
Sali di tungsteno

Composti inorganici
Solfuro di sodio, perossido di sodio
Cromati, dicromati
Ossido ferrico, ossido di nichel, arsenico triossido
Arseniati, Arseniti, borati, ossido di boro
Idrogeno carbonati, Carbonati
Idrossidi metallici, ossidi metallici
Solfiti, Piosolfiti
Nitrito di sodio, tiosolfati
Sali di rame, sali stannosi

**PER MAGGIORI DETTAGLI RICHIEDETECI IL VOLUME "KARL FISCHER REAGENT TECHNICAL MANUAL".**