

5.2 Electrometric indication methods: In the meantime indication methods using two polarized (polarizable) electrodes have established themselves. Double Pt-wire or double Pt-ring electrodes are commonly used.

5.2.1 Biamperometric indication (Upol or dead stop)

In this case a constant voltage of max. 500 mV is applied to the electrodes and the resulting current is measured. This method was first used mainly for aqueous iodometric titrations. The following reactions occur at the electrodes:

The relationship between the voltage, current and concentration of the depolarizer (iodine or triiodide) is similar to that found in polarography, i.e. initially only low voltages are required to produce a flow of current. Then the voltage increases steeply – as a function of the iodine concentration – and, when the limiting diffusion current has been achieved, the current increases only slightly. If the voltage is then further increased decomposition of either the solvent or conductive salt could occur. This means that a current flows for as long as iodine is present. When the iodine has been consumed (e.g. by titration with thiosulfate) the current falls abruptly to 0 (which is where the name «dead stop» comes from), the resistance between the electrodes increases strongly and the electrodes are again polarized. In KF titration the reverse occurs. If excess H₂O is present only a minimal current flows; this increases to a few μ A when excess iodine is present. The «water

5.2 Phương pháp chỉ thị thông qua các phép đo điện: Trong khi đó, các phương pháp sử dụng hai điện cực phân cực đã được phát triển từ rất lâu. Các điện cực dây bạch kim kép và vòng bạch kim kép thường được sử dụng. 9: 24 PM

5.2.1 Phương pháp chỉ thị dựa trên hai dòng điện (Upol hoặc dead stop)

Trong trường hợp này, người ta sử dụng điện áp không đổi tối đa 500 mV áp vào các điện cực và đo dòng điện. Lúc đầu, phương pháp này chủ yếu được dùng trong các phép chuẩn độ iốt lỏng. Tại các điện cực sẽ xuất hiện các phản ứng sau đây:

Mối quan hệ giữa điện áp, dòng điện và nồng độ của chất khử cực (iốt hoặc I_3^-) tương tự như phương pháp cực phổ, tức là ban đầu chỉ cần điện áp thấp để tạo dòng điện. Sau đó, điện áp tăng vọt – như một hàm theo nồng độ I₂ – và, khi dòng khuếch tán đạt đến giá trị giới hạn, dòng lại tăng thêm chút ít. Nếu sau đó điện áp lại tiếp tục tăng, sự phân hủy của dung môi hoặc muối dẫn điện bắt đầu xảy ra. Điều này có nghĩa là dòng điện sẽ xuất hiện trong suốt thời gian có iốt. Khi iốt bị tiêu hao dần (chẳng hạn do chuẩn độ với thiosulfate) dòng giảm đột ngột về 0 (vì lí do này mà trong phương pháp này có thuật ngữ «dead stop»), điện trở giữa các điện cực tăng mạnh và các điện cực lại bị phân cực. Trong chuẩn độ KF, quá trình nghịch có thể xuất hiện. Nếu H₂O dư, chỉ có một dòng nhỏ xuất hiện; dòng này tăng lên vài μ A khi iốt dư. Sự “tồn hao nước” do chuyển đổi điện hóa có thể bỏ qua.

loss» resulting from electrochemical conversion can be ignored. At 50 μA for 30 s it is theoretically approx. 1 μg H_2O . The illustration shows an example of a biamperometrically indicated titration curve:

5.2.2 Bivoltametric indication (Ipol)

In this case a small direct or alternating current is applied between the electrodes (AC is much more sensitive than DC, which is why AC is usually only used for coulometric titrations) and the resulting voltage is measured. The shape of the titration curve is similar to that obtained by biamperometry; however, the jumps are usually more marked and larger. If the sample solution and titrant are electrochemically active then peak-shaped or Vshaped titration curves are obtained. If only one partner is electrochemically active (the KFR with excess iodine) then L-shaped curves are obtained. Examples:

The resulting voltages for excess iodine or water depend, of course, on the applied current (Ipol). Three examples (double Pt-wire electrode): Ipol = 50 μA , U approx. 100 mV for excess iodine, approx. 680 mV for excess H_2O Ipol = 10 μA , U approx. 5 mV for excess iodine, approx. 580 mV for excess H_2O Ipol = 1 μA , U approx. 0 mV for excess iodine, approx. 350 mV for excess H_2O

The titration endpoint is determined by entering a switch-off voltage; reagent addition ceases when this limit is undercut. This «ideal endpoint» is best found experimentally. If too low a

Tại dòng 50 μA trong 30 s, giá trị gần đúng lý thuyết là 1 mg H_2O . Hình minh họa biểu diễn đường cong chuẩn độ hai dòng điện:

5.2.2 Phương pháp chỉ thị dựa trên hai điện áp (Ipol)

Trong trường hợp này, người ta dùng dòng một chiều hoặc dòng xoay chiều nhỏ áp vào các điện cực (Xoay chiều nhạy hơn nhiều so với một chiều, vì thế dòng xoay chiều thường được dùng trong chuẩn độ điện lượng) và đo điện áp. Hình dạng của đường cong chuẩn độ tương tự như trong phương pháp chuẩn độ hai dòng điện; Tuy nhiên, các điểm nhảy vọt về giá trị thường rõ ràng hơn và lớn hơn. Nếu dung dịch mẫu và titrant (dung dịch chuẩn) đều có hoạt tính điện hóa thì chúng ta sẽ thu được đường cong chuẩn độ hình đỉnh hoặc hình chữ V. Nếu chỉ có một thành phần có hoạt tính điện hóa (KFR cùng với iốt dư) thì đường cong sẽ có dạng hình L. Ví dụ:

Tất nhiên, điện áp cuối cùng của iốt hoặc nước dư phụ thuộc vào dòng đặt vào (Ipol). Ba ví dụ (điện cực dây Bạch Kim kép): Ipol = 50 μA , U khoảng 100 mV đối với iốt dư, khoảng 680 mV đối với H_2O dư Ipol = 10 μA , U khoảng 5 mV đối với iốt dư, khoảng 580 mV đối với H_2O dư Ipol = 1 μA , U khoảng 0 mV đối với iốt dư, khoảng 350 mV đối với H_2O dư. Điểm chuẩn độ được xác định thông qua điện áp ngắt; việc thêm vào thuốc thử dừng khi giá trị nằm dưới giới hạn này. “Điểm lí tưởng” này được xác định tốt nhất bằng

voltage is selected then the amount of excess iodine required to achieve the switch-off point will be too large. If it is too high then the titration will not start because no free iodine is required for this voltage to be achieved (decomposition of the solvent or electrolyte). In all these indication methods there is an overtitation (presence of excess iodine). In comparison to the visual methods, the electrometric methods have the advantage that the titration is always carried out to the same (slight) excess of iodine and in this way a better reproducibility and accuracy can be achieved.

6.2 Coulometry: In contrast to volumetric KF titration, in KF coulometry no titrant is added but the required iodine is generated directly in the iodide-containing electrolyte by electrochemical means. There is a strictly quantitative relationship between the amount of electric charge and the amount of iodine generated. This relationship allows the extremely precise addition of the iodine. Metrohm KF Coulometers work with variable current strengths and pulse lengths for generating iodine at the anode. Higher current strengths have not proven themselves in practice – side reactions can occur and heat can be produced. Working with variable pulse lengths allows precise «iodine addition» even in the region of the titration endpoint. The instrument measures the time and current flow that is required to reach the titration endpoint. The product of time x current is directly proportional to the

thực nghiệm. Nếu điện áp được chọn quá thấp thì lượng Iot dư cần thiết để đạt đến điểm ngắt sẽ rất nhiều. Nếu nó quá cao thì quá trình chuẩn độ sẽ không bắt đầu vì không có Iot tự do cần thiết để đạt đến điện áp này (sự phân hủy của dung môi hoặc chất điện phân). Trong tất cả các phương pháp chỉ thị này luôn luôn có hiệu ứng chuẩn độ dư (có Iot dư). So với các phương pháp trực quan, phương pháp chuẩn độ dựa trên các phép đo điện có ưu điểm là: chuẩn độ luôn luôn được thực hiện đến cùng một lượng Iot dư (không nhiều) và có khả năng tái tạo cũng như có thể đạt được độ chính xác tốt hơn.

6.2 Phép phân tích điện lượng: Ngược với phương pháp chuẩn độ KF thể tích, trong phép chuẩn độ điện lượng KF, người ta không thêm vào chất chuẩn mà lượng Iot cần thiết được tạo ra trực tiếp trong chất điện phân chứa Iodua thông qua phương pháp điện hóa. Giữa lượng điện tích và lượng Iot hình thành có mối liên hệ chặt chẽ. Mối liên hệ này cho phép chúng ta có thể xác định được chính xác lượng Iot thêm vào. Máy chuẩn độ điện lượng KF Metrohm hoạt động với cường độ dòng và độ dài xung biến thiên để tạo I₂ ở anot. Cường độ dòng cao thường không xảy ra trong thực tế - các phản ứng phụ có thể xuất hiện và nhiệt lượng cũng có thể sản sinh. Hoạt động với độ dài xung biến đổi cho phép thêm vào chính xác lượng Iot thậm chí trong vùng điểm chuẩn độ. Các dụng cụ đo thời gian và dòng rất cần thiết để đạt được điểm chuẩn

amount of iodine generated and therefore the amount of water determined. Coulometric water determination is primarily used for the determination of small amounts of water. Larger amounts of water require a lot of time and/or may exceed the water capacity of the KF reagent, which could lead to incorrect results. Metrohm KF Coulometers work in a determination range of 10 µg...200 mg H₂O with a resolution of 0.1 µg H₂O. The iodine is produced by a generator electrode. There are two different types of generator electrode:

A) Diaphragm-less generator electrode

The diaphragm-less generator electrode is easy to handle and easy to clean. Only a single reagent is required. However, care must be taken that only those reagents that are intended for diaphragm-less generator electrodes are used. As no moisture can adhere to the diaphragm there is a further advantage – the electrode is rapidly ready for use. There is no cathode compartment in the diaphragm-less generator electrode, as reduction takes place on a platinum surface.

B) Generator electrode with diaphragm A generator electrode with diaphragm should be used whenever your samples contain ketones and aldehydes, as the special reagents used for them are only available for generator electrodes with diaphragms. An electrode with diaphragm should also be used for reagents with a low conductivity (the addition of chloroform, e.g., reduces the conductivity) and when measurements

độ. Tích của thời gian và dòng tỷ lệ thuận với lượng I₂ hình thành và từ đó có thể xác định lượng nước. Việc xác định lượng nước bằng phép đo điện lượng chủ yếu áp dụng cho lượng nước nhỏ. Lượng nước càng nhiều càng cần nhiều thời gian và/hoặc có thể vượt quá dung lượng nước của thuốc thử KF, dẫn đến kết quả không chính xác. Máy chuẩn độ điện lượng KF Metrohm hoạt động trong một khoảng xác định 10 µg...200 mg H₂O với độ phân giải 0.1 µg H₂O. I₂ được tạo ra bằng điện cực chuẩn độ. Có hai loại điện cực chuẩn độ:

A) Điện cực chuẩn độ không màng. Điện cực chuẩn độ không màng dễ dùng và dễ làm sạch. Chỉ cần một thuốc thử duy nhất. Tuy nhiên, chúng ta cần phải chú ý rằng chỉ những thuốc thử nào dành cho các điện cực chuẩn độ không màng mới dùng được. Vì hơi ẩm không thể dính vào màng nên sẽ có thêm một ưu điểm nữa-điện cực có thể đưa vào sử dụng nhanh chóng. Không có ngăn cathode trong điện cực chuẩn độ không màng, vì quá trình khử xảy ra trên bề mặt bạch kim.

B) Điện cực chuẩn độ có màng. Điện cực chuẩn độ có màng được dùng khi mẫu chứa xeton và andehit, vì các thuốc thử đặc biệt được dùng cho chúng chỉ có sẵn cho các điện cực chuẩn độ có màng. Điện cực có màng phải sử dụng cho các thuốc thử có độ dẫn điện thấp (chẳng hạn như thêm vào chloroform, hoặc giảm độ dẫn điện) và khi các phép đo được thực hiện trong khoảng hàm lượng chất

are to be made in the lower **trace (vết, chút ít, số lượng thấp)** range. Reagents for coulometric water determination consist of an anolyte that is filled into the titration vessel and a catholyte that is filled into the cathode compartment. Both liquids should have about the same level in order to prevent pressure compensation from forcing the anolyte into the cathode compartment and vice versa. The endpoint recognition is by a double platinum electrode and is largely similar to that in volumetric Karl Fischer titration. As the coulometric KF method is an absolute method this means that no titer has to be determined. It must only be ensured that the reaction that generates the iodine takes place to 100%. Although this is the case with the reagents that are currently available, we still recommend that the whole system is checked from time to time with the aid of certified water standards with a water content of 1.0 ± 0.03 mg/g or 0.1 ± 0.005 mg/g. Handling the standards is described in 6.1. In coulometry, cells made completely of glass are used as titration cells, as cells with a plastic cover have a certain permeability to water vapor. This does not have much influence on volumetric KF titrations, as these are normally used to determine higher water contents than in KF coulometry. Care must also be taken that the cell is as impervious as possible.

6.3 The Karl Fischer oven Many substances only release their water slowly or at elevated temperatures. This means that they are not suitable

thấp. Thuốc thử để xác định nước bằng phương pháp đo điện lượng bao gồm chất điện phân anot (chất điện phân quanh cực dương) đổ vào cốc chuẩn độ và chất điện phân cathode được cho vào ngăn cathode. Hai chất lỏng đều có cùng mức để ngăn chặn sự bù áp do nén chất điện phân a nổi vào ngăn Ka tốt và ngược lại.

Việc ghi nhận điểm nhờ vào điện cực bạch kim kép và rất giống với chuẩn độ Karl Fischer thể tích. Vì phương pháp KF điện lượng là phương pháp tuyệt đối, nghĩa là không cần xác định độ chuẩn. Chúng ta chỉ cần phản ứng tạo I₂ xảy ra hoàn toàn. Mặc dù cácthước thử hiện tại có thể đáp ứng được yêu cầu này, chúng tôi vẫn khuyên người dùng kiểm tra toàn bộ hệ thống một cách liên tục theo các tiêu chuẩn nước đã được chứng nhận với hàm lượng nước 1.0 ± 0.03 mg/g hoặc 0.1 ± 0.005 mg/g. Việc thao tác với các tiêu chuẩn được mô tả trong phần 6.1. Trong phương pháp đo điện lượng, các cell (tế bào, ô) được làm hoàn toàn bằng thủy tinh, đóng vai trò là các cell chuẩn độ, vì các cell có nắp nhựa có độ thẩm thấu nhất định đối với hơi nước. Điều này không ảnh hưởng nhiều đến quá trình chuẩn độ thể tích KF, vì quá trình chuẩn độ này thường được dùng để xác định hàm lượng nước cao hơn so với phương pháp đo điện lượng KF. Chúng ta cần phải nâng cao khả năng chống thấm cho cell.

6.3 Lò Karl Fischer

Nhiều chất chỉ giải phóng nước chậm hoặc ở nhiệt độ cao. Vì thế chúng không thích hợp cho phương

for direct Karl Fischer titration. A further problem is the low solubility of certain samples in alcohols. In such cases traditional methods recommend complicated sample preparation procedures or the use of solubility promoters, which represent a health hazard. Other substances react with the KF reagents to release water or consume iodine; this falsifies the results. The above-mentioned problems can be avoided by using a heating method.

The substance under investigation is heated in an oven located upstream from the cell and the released water is transferred by a flow of dry carrier gas to the titration cell where it is determined by a Karl Fischer titration. As only the water enters the titration cell and the sample itself does not come into contact with the KF reagent this means that unwanted side reactions and matrix effects are ruled out. Work is carried out with either a conventional tube oven or with an oven using the vial technique: The 768 KF Oven is a conventional tube oven. A weighing spoon is used to transfer the sample to the sample boat, which is automatically transported into the oven at the start of the determination. The 832 KF Thermoprep is a further development of the conventional Karl Fischer drying oven. The samples are no longer transported into the oven by using sample boats, but the vial technique is used. The samples are weighed out directly into vials that are then hermetically sealed and placed in

pháp chuẩn độ Karl Fischer trực tiếp. Một vấn đề khác đó là khả năng hòa tan thấp của những mẫu như thế trong rượu. Trong những trường hợp như thế, nếu sử dụng các phương pháp truyền thống chúng ta phải sử dụng những quy trình chuẩn bị mẫu phức tạp hoặc dùng chất tăng khả năng hòa tan, điều này có thể gây nguy hiểm cho sức khỏe. Những chất khác phản ứng với thuốc thử KF giải phóng nước hoặc làm tiêu tốn i-ốt; những quá trình này có thể làm sai lệch kết quả. Những vấn đề trên có thể khắc phục được bằng cách dùng phương pháp gia nhiệt. Chất cần nghiên cứu được nung nóng trong một lò đặt ngược hướng với cell và nước giải phóng ra được truyền bằng một dòng khí mang khô sang cell chuẩn độ, tại đây lượng nước này được xác định bằng phương pháp chuẩn độ Karl Fischer. Vì chỉ có nước vào cell chuẩn độ và mẫu không tiếp xúc với thuốc thử KF, nên các phản ứng phụ không mong muốn và các hiệu ứng nền được loại trừ. Công việc được tiến hành với lò hình ống thông thường hoặc với lò ứng dụng **kỹ thuật lọ nhỏ**. Lò 768 KF là một lò ống thông thường. Một muỗng nặng được dùng để chuyển mẫu sang thuyền chứa mẫu, thuyền này được tự động chuyển vào lò tại lúc bắt đầu quá trình xác định. Thermoprep 832 KF là một phiên bản phát triển hơn của lò sấy Karl Fischer truyền thống. Đối với loại lò này, việc vận chuyển mẫu vào lò không phải bằng thuyền mẫu mà bằng kỹ thuật lọ nhỏ. Mẫu được phân vào các lọ nhỏ, sau đó người ta bịt kín các lọ

the oven. A double hollow needle pierces the vial septum. A stream of dry carrier gas (air or inert gas) is introduced through the inlet needle and passes through the heated sample. The carrier gas containing the released moisture then passes through the outlet needle and via a heated transfer tube directly into the titration cell, in which the Karl Fischer water determination takes place. Depending on the water content of the sample the determination can be carried out volumetrically or, in the trace range, coulometrically. Working with vials means that the oven cannot be contaminated by the sample and, as a result, no carryover or memory effects can occur. In addition, the hermetic vial seals with PTFE-coated septa reliably prevent the water content from being falsified by atmospheric moisture.

6.4 Automation in Karl Fischer titrations The use of a sample changer is well worth while for large numbers of samples. The advantages are not only to be found in the amount of time saved by the laboratory personnel: automated systems control the operating procedures and improve both the reproducibility and accuracy. In automated KF titration there is an additional difficulty; normal KF sample changers do not work in closed systems and penetration by atmospheric moisture cannot be prevented. For a water content >1% this interference can be corrected by the subtraction of a previously determined blank value. In principle, the use of such sample changers can only be recommended for volumetric determinations. The predefined

này và đặt chúng trong lò. Một kim rỗng kép xuyên qua vách lọ. Một dòng khí mang khô (không khí hoặc khí trơ) được đưa vào thông qua kim khác và đi qua mẫu nung nóng. Khí mang chứa hơi ẩm được giải phóng sau đó đi qua kim và qua ống truyền nhiệt rồi đi vào cell chuẩn độ, tại đây quá trình xác định nước Karl Fischer xảy ra. Phụ thuộc vào hàm lượng nước của mẫu, việc xác định có thể được tiến hành theo thể tích hoặc theo phương pháp đo điện lượng (trong khoảng trace (vết, nhỏ)). Sử dụng các lọ làm cho lò không thể nhiễm bẩn do các mẫu và do đó, hiệu ứng nhiễm bẩn chéo hoặc hiệu ứng nhớ không xuất hiện. Ngoài ra, các đệm ở nắp lọ cùng với vách ngăn phủ PTFE ngăn chặn sự sai lệch hàm lượng nước do độ ẩm không khí.

6.4 Tự động hóa trong các quá trình chuẩn độ Karl Fischer Việc sử dụng dụng cụ thay mẫu cũng cần thiết khi có nhiều mẫu. Ưu điểm không chỉ là tiết kiệm thời gian cho nhân viên phòng thí nghiệm: các hệ thống tự động kiểm soát quy trình hoạt động và cải thiện khả năng lặp lại phép đo và độ chính xác. Trong chuẩn độ KF tự động còn có thêm một khó khăn nữa; các dụng cụ thay mẫu KF thông thường không hoạt động được trong các hệ khép kín và chúng ta không thể ngăn chặn được sự thâm nhập của độ ẩm không khí. Khi hàm lượng nước >1%, chúng ta có thể loại bỏ ảnh hưởng này bằng cách trừ cho **blank value (giá trị rỗng, giá trị trắng, giá trị khi phân tích mẫu trắng)** được xác định trước đó. Về nguyên tắc,

methods of the 824 Easy Sample Changer enable the problem-free and simple processing of a series of samples. The comprehensive Karl Fischer equipment allows the determination of water in both solids and liquids. The samples are weighed out into glass vessels and covered with aluminum foil. For the determination the 824 Easy Sample Changer transfers the particular sample to the titration station and moves the titration head to the working position. A remote signal starts the addition of the solvent and then the titration itself. However, Metrohm also offers you the possibility of the automated determination of samples with a water content $<1\%$: The 789 Sample Processor XL is the first sample changer in the world that supplies reliable and reproducible results in combination with the KF Coulometer. As in the oven technique, the samples are weighed out into vials, hermetically sealed with septa and placed on the sample rack. With the aid of a pipetting system adapted to the special conditions of the KF titration (minimization of the penetration of atmospheric humidity) a defined volume of the sample is transported to the coulometer cell where the water content is determined. By using the 774 Oven Sample Processor the automation of the heating method is also possible. The principle corresponds to that of the 832 KF Thermoprep, with the exception that the sample vials are placed on the rack of the Oven Sample Processor. During the analysis the turntable positions the sample vial above the oven. The vial is then

việc sử dụng các dụng cụ thay mẫu như thế chỉ thích hợp cho việc xác định thể tích. Các phương pháp xác định trước của 824 Easy Sample Changer giúp xử lý hàng loạt mẫu dễ dàng và đơn giản. Thiết bị Karl Fischer hoàn chỉnh cho phép xác định nước trong cả chất rắn và lỏng. Các mẫu được cân và cho vào các lọ thủy tinh và phủ bằng lá nhôm. Để tiến hành quá trình xác định, 824 Easy Sample Changer chuyển các mẫu cụ thể sang bộ phận chuẩn độ và di chuyển đầu chuẩn độ đến vị trí làm việc. Tín hiệu từ xa khởi động việc thêm dung môi và sau đó quá trình chuẩn độ tự xảy ra. Tuy nhiên, Metrohm cũng có khả năng xác định tự động các mẫu có hàm lượng nước $<1\%$: 789 Sample Processor XL là dụng cụ thay mẫu đầu tiên trên thế giới cho kết quả đáng tin cậy và có thể lặp lại được khi dùng kết hợp với Bộ chuẩn độ điện lượng KF. Cũng như trong kỹ thuật lò, mẫu được cân và chuyển vào các lọ nhỏ, được bịt kín bằng nắp và đặt trên giá đỡ mẫu. Với sự hỗ trợ của hệ thống pipet thích ứng với những điều kiện đặc biệt của chuẩn độ KF (hạn chế tối đa sự xâm nhập của độ ẩm không khí), một thể tích mẫu xác định được chuyển đến cell điện lượng, tại đây, hàm lượng nước được xác định. Khi dùng 774 Oven Sample Processor, chúng ta có thể tự động hóa quá trình gia nhiệt. Nguyên tắc hoạt động của nó có nhiều nét tương đồng với 832 KF Thermoprep, ngoại trừ các lọ chứa mẫu được đặt trên giá của Oven Sample Processor. Trong suốt quá trình phân tích, bàn xoay định vị

lowered automatically into the heating block. In addition, the Oven Sample Processor offers the possibility of using temperature gradients. The recorded water release curve can be used to determine the optimum heating temperature for the particular sample. The curve also allows statements to be made about the kinetics of water release as a function of the temperature. Depending on the water content of the sample, the titration can be carried out volumetrically or, in the trace range, coulometrically.

6.5 Accessories for Karl Fischer titrations

A wide range of accessories makes it easier to carry out Karl Fischer titrations in the laboratory: Use the 703 KF Titration Stand for stirring and manual exchange of the used titration solution. Solvents can be added and aspirated off with the built-in membrane pump without having to open the cell. This shortens the conditioning time considerably and minimizes reagent handling by the user. The 803 Ti Stand is similar to the 703 Ti Stand, but its functions and design are adapted to suit Titrados. With KF Coulometers and a Titrando, reagent exchange is even easier to carry out by using a Dosino. All you have to do is define the time and the instrument will carry out the exchange automatically. If special additional steps are necessary, such as titration of a heated solution or homogenization of the sample in the titration cell, then special accessories are available to suit

các lọ chứa mẫu trên lò. Sau đó lọ được tự động hạ thấp xuống bộ phận gia nhiệt. Thêm vào đó, Oven Sample Processor cũng cung cấp tính năng gradient nhiệt độ. Đường cong giải phóng nước ghi nhận được có thể được sử dụng để xác định nhiệt độ gia nhiệt tối ưu đối với một mẫu cụ thể. Đường cong cũng cho phép xác định động học của quá trình giải phóng nước theo nhiệt độ. Tùy thuộc vào hàm lượng nước của mẫu, quá trình chuẩn độ có thể được thực hiện theo phương pháp thể tích hoặc, theo phương pháp đo điện lượng (trong phạm vi theo dõi).

6.5 Các phụ kiện để tiến hành quá trình chuẩn độ Karl Fischer

Nhà sản xuất cung cấp một loạt các phụ kiện giúp cho quá trình chuẩn độ Karl Fischer có thể tiến hành dễ dàng trong phòng thí nghiệm: Sử dụng 703 KF Titration Stand để khuấy và hoán đổi thủ công dung dịch chuẩn độ đã dùng. Các dung môi được thêm vào và hút ra bằng bơm màng được tích hợp sẵn mà không cần phải mở cell. Điều này rút ngắn thời gian cần thiết và giảm thiểu công sức xử lý thuốc thử của người dùng. 803 Ti Stand tương tự với 703 Ti Stand, nhưng chức năng và thiết kế của nó phù hợp với Titrados. Với máy chuẩn độ điện lượng KF và Titrando, việc thay đổi thuốc thử có thể được tiến hành dễ dàng bằng Dosino. Chúng ta chỉ cần ấn định thời gian, sau đó dụng cụ sẽ thực hiện quá trình hoán đổi tự động. Nếu cần thêm các bước phụ trợ đặc biệt, chẳng hạn như chuẩn độ dung dịch được nung

your particular application. Some examples:

7. Side reactions

KF water determination is only specific if no side reactions take place with the KF reagents. This means that no water should be released in side reactions, nor should the sample consume or release iodine. Most (unwanted and interfering) side reactions can be suppressed by suitable measures. The most important interfering substances are:

7.1. Carbonates, hydroxides and oxides

During the KF titration methyl sulfuric acid and hydriodic acid are produced. Although these are attached to the base, they still form weak acids that react with the above-mentioned compounds to form salts and release water: Not all oxides take part in an acidic reaction. In addition to alkali oxides and alkaline earth oxides, the following will react: We recommend that the H₂O in these compounds is determined by the oven method.

7.2. Aldehydes and ketones

These two classes of compound combine with the methanol in the KFR to form acetals and ketals respectively with the release of water. With aldehydes the reactivity decreases as the chain length increases. Aromatic aldehydes react more slowly than aliphatic aldehydes. Acetaldehyde reacts the quickest and causes the most problems. But there

nóng hoặc đồng nhất các mẫu trong cell chuẩn độ, thì sẽ có thêm các phụ kiện cần thiết để đáp ứng những nhu cầu ứng dụng cụ thể đó. Một số ví dụ:

7. Các phản ứng phụ

Việc xác định nước bằng máy KF chỉ cho kết quả cụ thể nếu không xảy ra phản ứng phụ với thuốc thử KF. Tức là nước sẽ không giải phóng ra trong các phản ứng phụ, và mẫu cũng không bị tiêu hao hoặc giải phóng I₂. Hầu hết các phản ứng phụ (không mong muốn và cản trở) có thể được kìm hãm thông qua các biện pháp thích hợp. Các chất cản trở quan trọng nhất là:

7.1. Cacbonat, hydroxit và oxit

Trong quá trình chuẩn độ KF, axit sulfuric methyl và axit hydriodic được hình thành. Mặc dù những chất này đi kèm với bazơ, chúng vẫn tạo thành axit yếu, những axit này phản ứng với các hợp chất được đề cập ở trên hình thành muối và giải phóng nước: Không phải tất cả các oxit tham gia vào phản ứng axit. Ngoài oxit kiềm và oxit kiềm thổ, các chất sau đây sẽ phản ứng: Chúng tôi đề nghị xác định H₂O trong những hợp chất này bằng phương pháp lò.

7.2. Andehit và xeton

Hai loại hợp chất này kết hợp với methanol trong KFR để lần lượt hình thành axetan và ketal đồng thời giải phóng nước. Với andehit, phản ứng giảm khi tăng độ dài mạch (chiều dài mạch). Andehyt thơm phản ứng chậm hơn Andehyt béo. Axetaldehyt phản ứng nhanh nhất và gây ra nhiều vấn đề. Nhưng luôn luôn có những trường

are always exceptions to any rule, formaldehyde and chloral do not form acetals and can be titrated without any problems.

Ketones are less reactive than aldehydes. The reactivity also decreases as the chain length increases. Ketal formation is most rapid with acetone and cyclohexanone. The following are regarded as being stable (no ketal formation): diisopropyl ketone, benzophenone, deoxybenzoin, benzil, benzoin, camphor, alizarin, dibenzalacetone and dichlorotetrafluoroacetone.

Acetal and ketal formation is also influenced by the alcohol present. As the chain length increases the reactivity also decreases. This means that methanol is the quickest to react. There are several ways of preventing acetal or ketal formation: a) By using KF reagents specially labeled for this purpose. b) By using methanol-free KF reagents. Methanol is replaced by a higher alcohol, e.g. 2-methoxyethanol. c) By making use of the different reaction rates and slowing down acetal or ketal formation so much that they do not interfere with the titration. This can be achieved by carrying out the titration at $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$. This also freezes the bisulfite addition (see following section). With aldehydes a second reaction – bisulfite addition – can also interfere. In this case H_2O is consumed, so that the water content determined could be too low.

hợp ngoại lệ cho bất kỳ quy tắc nào, fomandêhyt và cloral không hình thành axetan và có thể chuẩn độ chúng mà không gặp bất cứ vấn đề gì.

Xeton ít hoạt động hơn andehyt. Khả năng phản ứng của nó cũng giảm khi độ dài mạch (chiều dài mạch) tăng. Sự hình thành Ketal diễn ra nhanh nhất khi phản ứng với acetone và cyclohexanone. Những chất sau đây được xem là ổn định (không hình thành ketal): diisopropyl ketone, benzophenone, deoxybenzoin, benzil, benzoin, camphor, alizarin, dibenzalacetone và dichlorotetrafluoroacetone.

Sự hình thành axetan và ketal cũng bị ảnh hưởng bởi rượu. Khi độ dài mạch (chiều dài mạch) tăng, khả năng phản ứng cũng giảm. Điều này có nghĩa là methanol là chất phản ứng nhanh nhất. Có một số cách ngăn ngừa sự hình thành axêtal hoặc ketal: a) Dùng các thuốc thử KF chuyên dụng cho mục đích này. b) Dùng các thuốc thử KF không chứa methanol. Methanol được thay thế bằng một loại cồn cao hơn, chẳng hạn như 2-methoxyethanol. c) Sử dụng các tốc độ phản ứng khác nhau và làm chậm sự hình thành axêtal hoặc ketal nhằm làm cho chúng không ảnh hưởng đến quá trình chuẩn độ. Muốn đạt được điều này chúng ta phải thực hiện quá trình chuẩn độ ở $10\text{ }^{\circ}\text{C}$. Điều này cũng giảm thiểu việc thêm vào bisulfit (xem phần sau). Đối với andehit, một phản ứng thứ cấp-thêm bisulfate – cũng có thể ảnh hưởng. Trong trường hợp này, H_2O bị tiêu hao, vì thể hàm lượng nước ghi nhận được có

7.3. Strong acids Strong acids can react with the methanol contained in the KF reagent and release water: Among the organic acids the strongest esterification is shown by formic acid; acetic acid only undergoes partial esterification. Methanol esterifies the quickest. With propanol and/ or 2-methoxyethanol slower reaction rates are achieved. However, strong acids also lower the pH of the reaction solution so much that the KF reaction either no longer takes place or proceeds unsatisfactorily. The reaction mixture can be buffered by the addition of a base (e.g. imidazole) and the pH brought back to the optimal range again. If this measure is taken then no esterification occurs even with strong mineral acids

7.4. Silanols/Siloxanes The terminal silanol groups esterify with the methanol contained in the KF reagents and release water. This means that methanol-free reagents must be used to determine the water content of these substances

7.5. Boron compounds Boric acid reacts with methanol with esterification and the release of water: Boron trioxide (B_2O_3), metaboric acid (HBO_2) and borax / sodium tetraborate ($Na_2B_4O_7$) all react in the same way. The esterification rate decreases as the chain length of the alcohol increases (methanol esterifies the quickest).

7.6. Metal peroxides These form water with KF solutions and cannot be titrated directly. In some cases the oven method can be used (provided

thể thấp hơn thực tế.

7.3 Axit mạnh Axit mạnh có thể phản ứng với methanol trong thuốc thử KF và giải phóng nước: Trong số các axit hữu cơ, axit formic thể hiện tính este hóa mạnh nhất; axit axetic chỉ este hóa một phần. Methanol este hóa nhanh nhất. Đối với propanol và/hoặc 2-methoxyethanol, tốc độ phản ứng chậm hơn. Tuy nhiên, các axit mạnh cũng có thể làm giảm PH của dung dịch phản ứng vì thế phản ứng KF hoặc không diễn ra hoặc diễn tiến theo hướng không mong đợi. Hỗn hợp phản ứng có thể được đệm bằng cách thêm vào bazơ (ví dụ như imidazole) và PH được đưa về khoảng tối ưu. Nếu chúng ta tiến hành phương pháp này thì quá trình este hóa sẽ không xuất hiện ngay cả với các axit vô cơ mạnh.

7.4 Các silanol / các siloxan Các nhóm silanol đầu phản ứng este hóa với methanol nằm trong thuốc thử KF và giải phóng nước. Điều này có nghĩa là chúng ta phải dùng các thuốc thử không chứa methanol để xác định hàm lượng nước của những chất này.

7.5 Các hợp chất boron Axit boric phản ứng với methanol kèm theo este hóa và giải phóng nước: Oxít Bo (B_2O_3), axit metaboric (HBO_2) và borax / natri tetraborate ($Na_2B_4O_7$) tất cả đều phản ứng theo cùng cơ chế. Tốc độ este hóa giảm khi độ dài mạch (chiều dài mạch) của rượu tăng (methanol este hóa nhanh nhất).

7.6 Peroxyt kim loại Những chất này hình thành nước với các dung dịch KF và không thể chuẩn độ trực tiếp được. Trong một số

that the substances release their H₂O at <250 °C).

7.7. Reducing agents Reducing agents can react with the iodine in the KF reagents and simulate a water content that is too high. 0.5 mol H₂O / mol substance in the sample is simulated by

Petrochemical products may also contain interfering substances. The additive tetraethyl lead simulates a higher water content: The water content of salts can usually be determined by the oven method. We recommend the following procedure for determining the water content of ascorbic acid and hydrazines: The sample is dissolved in methanol and titrated against methanolic iodine solution. This oxidizes it and the KF water determination is no longer interfered with. In the same solution a titration can then be carried out with a combined KF solution. The H₂O content of the methanol used must be determined separately and subtracted from the result.

7.8. (Strong) Oxidizing agents These release elemental iodine from the iodides in the KF reaction and simulate a water content that is too low.

7.8 a Dialkyl peroxides, diacyl peroxides and peresters form iodine. However, the reaction takes place slowly and can be «frozen» at low temperatures. The titration temperature to be used is product-specific and can be as low as -60 °C. Hydroperoxides – e.g. H₂O₂ – do form iodine, but also an equivalent

trường hợp, chúng ta có thể dùng phương pháp lò (với điều kiện là các chất giải phóng nước ở nhiệt độ dưới 250 °C).

7.7. Chất khử Các chất khử có thể phản ứng với Iốt trong các thuốc thử KF và cho ra hàm lượng nước cao. Chất 0.5 mol H₂O / mol trong mẫu tương ứng

Các sản phẩm hóa dầu cũng có thể chứa các chất cản trở. Phụ gia chì tetraethyl cũng có thể dẫn đến hàm lượng nước cao: Hàm lượng nước của muối thường được xác định bằng phương pháp lò. Để xác định hàm lượng nước của axit ascorbic và hydrazines, chúng tôi đề nghị quy trình sau: Trước hết hòa tan mẫu trong methanol và chuẩn độ với dung dịch methanolic iot. Chất này oxy hóa nó và việc xác định nước KF không còn bị ảnh hưởng. Trong cùng dung dịch, quá trình chuẩn độ có thể được thực hiện với dung dịch KF kết hợp. Hàm lượng nước của methanol sử dụng phải được xác định riêng biệt và trừ vào kết quả.

7.8. Các tác nhân oxy hóa (mạnh) Những chất này giải phóng nguyên tố Iot từ Iodua trong phản ứng KF và cho ra hàm lượng nước quá thấp.

7.8 Dialkyl peroxides, diacyl peroxides và peresters hình thành I ốt. Tuy nhiên, phản ứng xảy ra chậm và có thể “đóng băng” ở nhiệt độ thấp. Nhiệt độ chuẩn độ tùy thuộc vào sản phẩm và có thể thấp đến -60 °C. Chẳng hạn như Hydroperoxides H₂O₂ hình thành I ốt, bên cạnh một lượng nước

amount of H₂O. The KF titration is free from interference

7.8 b Elemental chlorine and bromine also release iodine. In this case excess SO₂ is passed through the sample. This reduces these substances to chloride and bromide respectively, which no longer interfere.

7.8 c The water content of dichromates, chromates and permanganates is determined by the oven method.

8. Sample preparation techniques

Each sample preparation is preceded by sampling. Particularly with inhomogeneous samples – and there are a lot of them, even if it is not always obvious – this initial step plays a crucial role for the correctness and accuracy of the results. Correct sampling is therefore an essential requirement for the subsequent determination! Many standardized methods provide detailed instructions concerning this subject. This may also apply for in-house instructions. If no instructions are available then the following points must be observed:

- The water content of the sample taken must be the same as the average water content of the original sample – i.e. the sample must be representative.
- Atmospheric moisture is an ever-present source of contamination, and not only in tropical countries.
- Hygroscopic samples have a large amount of water adhering to their surfaces.
- Samples that easily release water or become weathered have only a small

tương đương. Quá trình chuẩn độ KF không bị ảnh hưởng.

7.8 b Nguyên tố Clo và Brôm cũng giải phóng Iốt. Trong trường hợp này, SO₂ dư được cho qua mẫu. SO₂ dư khử những hợp chất này thành clorua và bromua, những chất không còn ảnh hưởng đến quá trình chuẩn độ.

7.8 c Hàm lượng nước của dicromate, crôm, permanganates (thuốc tím) được xác định bằng phương pháp lò.

8. Các kỹ thuật chuẩn bị mẫu

Trước khi chuẩn bị mẫu (điều chế mẫu) chúng ta phải lấy mẫu. Đặc biệt với các mẫu không đồng nhất và rất nhiều trong số chúng, mặc dù không phải lúc nào cũng dễ thấy – bước ban đầu đóng vai trò quan trọng góp phần tạo ra kết quả đúng đắn và chính xác. Do đó, việc lấy mẫu chính xác là một yêu cầu cơ bản cho việc xác định tiếp theo! Nhiều phương pháp tiêu chuẩn đã đưa ra các hướng dẫn chi tiết liên quan đến chủ đề này. Điều này cũng áp dụng cho các hướng dẫn nội bộ. Nếu chưa có sẵn hướng dẫn chúng ta cần quan sát những điểm sau đây:

- Hàm lượng nước của mẫu được chọn phải bằng hàm lượng nước trung bình của mẫu ban đầu – tức là, mẫu phải tiêu biểu.
- Độ ẩm không khí là một nguồn ô nhiễm luôn luôn hiện diện không chỉ riêng các nước nhiệt đới
- Các mẫu hút ẩm có một lượng lớn nước bám trên bề mặt của chúng
- Các mẫu dễ dàng giải phóng nước và bị phong hóa chỉ có một lượng

amount of water on their surfaces.

- Liquids can release water if the water is not present in dissolved form but as a dispersion (precipitation or flotation, adherence to vessel walls – e.g. petrochemical products, margarine). The same applies for samples in which the solubility limit for water is undercut on cooling down.
- The more heterogeneous the water distribution in the sample, the larger the sample to be taken.
- Sampling must take place as quickly as possible and the water content of the sample must not change during transport and storage.

General Many samples can be weighed out and/or injected directly into the titration vessel or titration cell, provided that they are soluble in the solvent used and do not undergo side reactions with the KFR. In contrast, other samples require one or more preparation steps. The most important sample preparation techniques are described below. Further information can be found under the individual classes of substances. It is very important that the sample preparation technique used does not introduce any additional water into the sample and that no water losses occur by heating the sample too strongly.

A) Dilution For reasons of accuracy (sample size) we recommend that samples with a high water content (>40%) are diluted with an inert dry solvent before the determination. Methanol can normally be used for this purpose. If the sample contains emulsified fats and/or oils then a dry mixture of 60% methanol and 40%

nhỏ nước trên bề mặt.

- Chất lỏng có thể giải phóng nước nếu nước không ở dạng hòa tan mà ở dạng phân tán (kết tủa hoặc tuyền nổi, bám vào thành bình-chắn hạn các sản phẩm hóa dầu, bơ thực vật). Đặc điểm trên cũng đúng cho các mẫu có giới hạn hòa tan đối với nước giảm khi bị làm lạnh.
- Sự phân bố nước trong mẫu càng không đồng đều, chúng ta càng phải chọn mẫu lớn hơn.
- Việc lấy mẫu nên tiến hành càng nhanh càng tốt và hàm lượng nước của mẫu phải giữ nguyên trong quá trình vận chuyển và lưu trữ.

Nhìn chung, các mẫu được cân và/hoặc tiêm trực tiếp vào cốc chuẩn độ hoặc cell chuẩn độ, miễn sau chúng có thể tan được trong dung môi đang dùng và không tham gia phản ứng phụ với KFR. Tuy nhiên, một số mẫu khác cần một hoặc nhiều bước điều chế. Những kỹ thuật điều chế mẫu quan trọng nhất được mô tả bên dưới. Chúng ta có thể tìm được thông tin chi tiết ngay bên dưới từng loại chất. Một điều quan trọng cần chú ý là, chúng ta phải sử dụng những kỹ thuật điều chế mẫu không đưa thêm lượng nước vào mẫu và sự mất nước khi nung nóng mẫu không quá lớn.

A) Pha loãng Để đảm bảo độ chính xác (kích thước mẫu) chúng tôi khuyên cáo người dùng nên pha loãng các mẫu có hàm lượng nước cao (>40%) bằng một dung môi khô và trợ về mặt hóa học trước khi xác định. Methanol có thể đáp ứng được yêu cầu này. Nếu mẫu chứa các chất béo được nhũ tương hóa

decanol (or, if permitted, chloroform) should be used. The procedure is as follows: Approx. 1 g sample is weighed out exactly into a dry Erlenmeyer flask fitted with a septum stopper. This is treated with approx. 20...25 g dry solvent (mixture), the flask is then sealed and the contents mixed. Part of the mixture is drawn off in a dry syringe and the syringe and its contents are tared. Some of the mixture is injected into the titration vessel and titrated. The amount of sample injected is determined by back-weighing the syringe. If a dry solvent is used then it is not absolutely necessary to take its blank value into account. Here is an example:

The following samples can be treated in this way: – Drilling and cutting oil emulsions – Cosmetic lotions and emulsions – Spirits – Milk and cream, ready-to-use salad sauces, liquid spices. B) Solvent extraction

This can take place in two different ways – external or during the titration in the titration vessel. It is usually carried out either warm or hot, less frequently at room temperature. If an external extraction is carried out then please remember that all the water can never be extracted, an average water content between the sample and the solvent is obtained.

Example: 10 g sample with a water content of 10% is extracted with 50 mL methanol (density approx. 08 g/cm³) with a water content of 100 ppm. The H₂O content of the mixture is 1004 mg / 50 g, corresponding to 20.08 mg H₂O / g or 2.008% H₂O. This also means that the larger the ratio between the sample and dry

và /hoặc dầu thì chúng ta nên dùng hỗn hợp khô 60% methanol và 40% decanol (hoặc, nếu được phép, chloroform). Tiến hành quy trình như sau: Cân khoảng 1g mẫu cho vào bình đáy rộng khô vừa khít với nắp có vách ngăn. Mẫu này được xử lý với khoảng 20...25 g dung môi khô (hỗn hợp), sau đó đậy bình lại và trộn lẫn các chất trong đó. Dùng một ống tiêm khô hút một phần hỗn hợp, sau đó cân ống tiêm và lượng chất trong đó. Lượng mẫu tiêm ra được xác định bằng cách cân lại ống tiêm. Nếu dùng dung môi khô thì không cần phải xét đến giá trị trắng của nó. Ví dụ:

Những mẫu sau đây có thể xử lý theo cách này: - Nhũ tương dầu khoan và cắt - Kem mỹ phẩm và nhũ tương- Đồ uống có rượu - Sữa và kem, nước sốt salad trộn sẵn, các loại gia vị lỏng. B) Chiết tách bằng dung môi

Bước này có thể tiến hành ở ngoài hoặc trong quá trình chuẩn độ trong cốc chuẩn độ. Chúng ta thường thực hiện trong điều kiện nhiệt độ ẩm hoặc nóng, ít khi tiến hành ở nhiệt độ phòng. Nếu chúng ta thực hiện chiết xuất ngoài cần nhớ rằng không bao giờ chiết tách được toàn bộ lượng nước, chúng ta chỉ thu được hàm lượng nước trung bình giữa mẫu và dung môi. Ví dụ: 10 g mẫu với hàm lượng nước 10% được chiết tách với 50 ml methanol (khối lượng riêng khoảng 08 g / cm³.) với một hàm lượng nước 100 ppm. Hàm lượng H₂O của hỗn hợp là 1004 mg / 50 g, tương ứng với 20,08 mg H₂O / g hoặc 2,008% H₂O. Điều này cũng có nghĩa là

solvent, the less water will be extracted from the sample. The blank value of the solvent must, of course, be taken into consideration when calculating the water content. Better values are obtained if the extraction is carried out directly in the titration vessel and the water is titrated immediately.

A titration vessel equipped with a heating jacket and a reflux condenser is used and the titration is carried out, for example, at 50 °C. Work can be carried out with or without an extraction time (set at the titrator) as required. (If an extraction time is used then please note that a sufficiently long stop delay must be observed for the EP.) This method is primarily used for cereal flour. C) Homogenization In liquids water can float, adhere to the inner walls of the sample bottle or be deposited on the bottom. This occurs particularly when the sample is taken at a high temperature and allowed to cool down to room temperature before the analysis. The water can again be distributed homogeneously by immersing the bottle in an ultrasonic bath. The separated water can also be dissolved again by the addition of an exactly weighed amount of a solubility promoter (e.g. isopropanol), whose water content has been accurately determined (blank value).

This method is suitable for pastes and viscous liquids. Solids are usually inhomogeneous and must be thoroughly comminuted and homogenized. The procedure depends on the constitution of the sample:

Coarse particles, hard and tough Ball mill or analytical mill (closed) with water cooling. This method is suitable

khi tỉ lệ giữa mẫu và dung môi khô càng lớn, lượng nước được chiết tách từ mẫu càng ít. Tất nhiên, chúng ta phải xét đến giá trị trắng của dung môi khi tính hàm lượng nước. Chúng ta có thể thu được giá trị tốt hơn nếu quá trình chiết tách được thực hiện trực tiếp trong cốc chuẩn độ và nước được chuẩn độ ngay. Cốc chuẩn độ được trang bị vỏ tỏa nhiệt và sử dụng bộ ngưng hồi lưu và quá trình chuẩn độ được thực hiện ở nhiệt độ 50 °C. Công việc được tiến hành khi có thiết lập và không có thiết lập thời gian chiết (ở bình chuẩn độ) theo yêu cầu. (Nếu dùng thời gian chiết thì cần phải chú ý quan sát thời gian trì hoãn dừng đủ lâu đối với EP).

Phương pháp này chủ yếu được dùng cho bột ngũ cốc. C) Đồng nhất Trong các chất lỏng, nước có thể trôi nổi, bám vào thành bên trong của lọ chứa mẫu hoặc lắng xuống đáy. Hiện tượng này xuất hiện khi mẫu được lấy ở nhiệt độ cao sau đó được để nguội đến nhiệt độ phòng trước khi phân tích. Để nước phân bố lại đồng đều, chúng ta có thể ngâm chai vào bồn siêu âm. Nước tách ra có thể được phân giải một lần nữa bằng cách thêm vào một lượng chất xúc tác hòa tan được cân chính xác (chẳng hạn isopropanol), hàm lượng nước của chất xúc tác hòa tan đã được xác định chính xác (giá trị trắng). Phương pháp này thích hợp cho các loại bột nhão và chất lỏng nhớt. Các chất rắn thường không đồng đều và phải được nghiền nhỏ và đồng đều hoàn toàn. Quy trình tùy thuộc vào thành phần mẫu:

Các hạt thô, cứng và dai

for coffee, cereals, semolina, pasta, beans, lentils, pills, spices* and tea*. Coarse, fatty Grating and high-frequency comminution, e.g. for nuts, seeds and almonds.

Coarse, soft, inhomogeneous Comminute with a meat grinder or knife, then high-frequency comminution. Suitable for dried fruits, meat and sausages, fruit and vegetables.

Pasty, inhomogeneous Homogenization with a blender, then possibly high-frequency comminution. For jam, mustard, precooked spinach.

Suspensions High-frequency comminution, e.g. for fruit and vegetable juice, fruit pulp, concentrates and tomato puree. High-frequency comminution is the only method that can guarantee that even plant samples are thoroughly homogenized. In this method the cells are disrupted and the water present inside the cells is extracted. Comminution is usually carried out externally in a dry Erlenmeyer or round-bottom flask with the addition of a suitable solvent (mostly methanol). Comminution in the titration vessel is also possible; the mixing head is commonly used as a stirrer (remove the magnetic stirrer bar from the titration vessel).

D) Heating method The sample is either heated in a dry stream of gas (air or nitrogen) or a dry stream of gas is passed through the heated sample; in each case the released water is transferred to the titration vessel and immediately titrated. The heating

Máy nghiền bi hoặc máy nghiền mẫu phân tích (khép kín) đồng thời làm mát bằng nước. Phương pháp này thích hợp cho cà phê, ngũ cốc, bột bánh, mì, đậu, đậu lăng, thuốc, gia vị và trà * *. Thô, béo Sàng và nghiền tần số cao, ví dụ: các loại quả, hạt và quả hạnh.

Thô, mềm, không đồng đều Nghiền bằng máy nghiền thịt hoặc dao, sau đó nghiền tần số cao. Thích hợp cho trái cây sấy khô, thịt và xúc xích, trái cây và rau quả.

Nhão, không đồng đều Làm cho đồng đều bằng máy trộn, sau đó nghiền tần số cao. Đối với mức, hạt mù tạt, rau bina đã nấu.

Huyền phù Nghiền tần số cao, đối với trái cây và nước ép rau quả, thịt quả (phần nạc quả), sản phẩm cô đặc và bột cà chua. Nghiền tần số cao là phương pháp duy nhất đảm bảo các mẫu thực vật được đồng đều hoàn toàn. Trong phương pháp này, các cell bị phá vỡ và nước trong cell được lấy ra. Quá trình nghiền thường được thực hiện bên ngoài trong bình đáy rộng Erlenmeyer hoặc bình đáy tròn cùng với việc bổ sung vào dung môi thích hợp (chủ yếu là methanol). Cũng có thể tiến hành nghiền trong bình chuẩn độ; đầu trộn thường được dùng như một máy khuấy (lấy thanh khuấy từ- [cá từ] khỏi bình chuẩn độ)

D) Phương pháp gia nhiệt Mẫu được gia nhiệt trong một dòng khí khô (không khí hoặc nito) hoặc người ta cho dòng khí khô đi qua mẫu; trong mỗi trường hợp, lượng nước giải phóng ra được chuyển tới bình chuẩn độ và được chuẩn độ

temperature should be set as high as possible – just high enough so that the sample does not decompose and no interfering secondary constituents distill over. The heating temperature and duration must be optimized in preliminary tests. The appropriate blank values must be subtracted. This method is used for samples that cannot be extracted (or cannot be completely extracted) with a suitable solvent or that undergo side reactions with the KFR. Examples are: – Plastics, minerals, carbonates and metal oxides, carbon powder – Petrochemical products containing additives (motor oils, lubricating oils and greases) – Starting materials for pharmaceutical products, certain freeze-dried samples.

ngay. Nhiệt độ nung cần được đặt cao hết mức-vừa đủ cao để mẫu không bị phân hủy và không có thành phần thứ cấp chưng cất ở trên. Nhiệt độ nung và thời gian nung cần phải được xác định chính xác trong các thử nghiệm sơ bộ. Giá trị trắng thích hợp phải được trừ ra. Phương pháp này dùng cho các mẫu không thể chiết tách được (hoặc không thể chiết tách hoàn toàn) bằng một dung môi thích hợp hoặc trải qua các phản ứng phụ với KFR. Các ví dụ là: Nhựa, khoáng chất, cacbonat và oxit kim loại, bột carbon – Các sản phẩm hóa dầu có chứa các chất phụ gia (các loại dầu động cơ, dầu bôi trơn và mỡ) – Nguyên liệu ban đầu cho dược phẩm, những mẫu sấy đông khô (sấy thăng hoa, sấy lạnh).