



## HYDRANAL®-Die Coulometriezelle

In der Praxis sind für die coulometrische Karl-Fischer-Titration zwei Zellentypen in Anwendung: die Coulometriezelle mit und ohne Diaphragma. Die Zelle mit Diaphragma besteht aus einem Anodenraum und einem Kathodenraum, die Zelle ohne Diaphragma besteht aus einer einzigen Kammer, bei der Anoden- und Kathodenraum nicht getrennt sind.

### Der Anodenraum

In der grossen Kammer, dem Anodenraum, findet die eigentliche Wasserbestimmung statt. Hier wird der Analyt eingefüllt, der die erforderlichen Reaktionspartner für die Karl-Fischer-Reaktion enthält.

In die Zelle mit Diaphragma wird der Analyt bis auf den Pegel des Katholyten eingefüllt. In die Zelle ohne Diaphragma werden etwa 100 mL Analyt gefüllt.

An der Anode wird die für die Titration des Wassers erforderliche Iodmenge aus Iodid gebildet. Aus dem dazu erforderlichen Strom wird die Wassermenge errechnet.

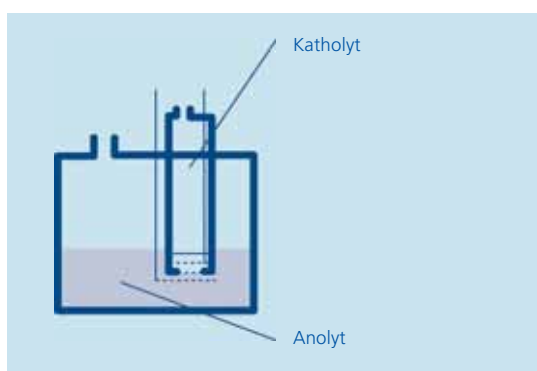


Abbildung ..... Coulometrische Karl-Fischer-Titration

### Störungen

Wenn das Reagenz nach dem Einfüllen in den Anodenraum noch Iod enthält, kann das Gerät nicht starten und gibt eine Fehlermeldung.

Die Injektion von etwas wasserhaltigem Methanol oder 2-Methoxyethanol beseitigt das Iod, und das Trockentitrieren der Zelle startet in üblicher Weise.

Eindringende Feuchtigkeit wird in der „Conditioning“-Phase automatisch beseitigt. Trotzdem kondensiert nach einiger Zeit im oberen Bereich der Zelle Alkohol, der Feuchtigkeit aufnimmt. Diese Feuchtigkeit, ausgedrückt in Drift oder Background, muss gelegentlich durch Entleeren, Reinigen und Trocknen der Zelle beseitigt werden.

Proben, die den pH-Wert des Reagenzes verändern oder mit Iod oder Alkohol reagieren, können Nebenreaktionen verursachen.

Eine Begrenzung kann auch durch Proben verursacht werden, die die Leitfähigkeit des Analyten stark herabsenken. In diesem Fall gibt das Gerät eine Fehlermeldung und das Reagenz muss erneuert werden.

### Der Kathodenraum

In den Kathodenraum werden üblicherweise 5 mL Katholyt gefüllt, dann wird wie beim Anodenraum beschrieben, weiter verfahren.

Bei der coulometrischen KF-Titration findet an der Kathode eine Reduktion statt. Das Diaphragma in der Generatorelektrode soll verhindern, dass das an der Anode gebildete Iod sofort an der Kathode reduziert wird und so fehlerhafte Ergebnisse verursacht. In der Zelle ohne Diaphragma wird dies durch eine veränderte Konstruktion der Kathode verhindert.

### Störungen

Um genaue Ergebnisse zu erzielen, muss der Katholyt unabhängig von der analysierten Wassermenge mindestens einmal wöchentlich erneuert werden.

Die in den Kathodenraum eindringende Feuchtigkeit wird nie eliminiert, da die Reaktion mit Wasser nur im Anodenraum statt findet. Während der coulometrischen KF-Titration werden anfänglich Protonen zu Wasserstoff reduziert, was sich durch eine lebhafte Bläschenbildung an der Kathode bemerkbar macht. Ist der Katholyt länger in Gebrauch, können auch andere in der Lösung enthaltene Verbindungen reduziert werden. Sie wandern durch das Diaphragma zur Anode und können eine höhere Basisdrift und eine Verunreinigung des Diaphragmas verursachen. Die ermittelten Wassergehalte sind dann meist zu hoch.

Für alle Katholyten gilt: werden sie zu lange verwendet, ist ein unangenehmer Geruch wahrnehmbar, die Kathode kann sich schwarz färben oder es kommt zu gelben Niederschlägen im Kathodenraum.

### Reinigung der Coulometriezelle

Die Glaszelle selbst, der Anodenraum, ist leicht mit Wasser oder einem geeigneten Lösungsmittel zu reinigen. Anschliessend kann sie in einem Trockenschrank bei 50°C oder mit einem Föhn getrocknet werden.

Die Generatorelektrode mit Diaphragma kann in einem Becher mit Methanol gelagert werden. Das Methanol diffundiert durch das Diaphragma in den inneren Bereich und reinigt so das Diaphragma. Dieser Vorgang sollte mindestens einmal wiederholt werden.

Bei sichtbarer Verschmutzung sollte der erste wie oben beschriebene Reinigungsvorgang mit Salpetersäure oder Chromschwefelsäure durchgeführt werden, dann mehrfach mit Methanol. Bei dieser Prozedur werden Anode, Diaphragma und Kathode gründlich gereinigt.

Die Generatorelektrode ohne Diaphragma wird zur Reinigung lediglich mit Wasser oder einem geeigneten Lösungsmittel gespült. Bei einer Schwarzfärbung der Anode oder Kathode wird sie kurz in Salpetersäure oder Chromschwefelsäure getaucht und dann mit Wasser oder Lösungsmittel gespült.

Nach dem letzten Spülvorgang kann die Generatorelektrode wie bei der Glaszelle beschrieben, getrocknet werden.

### Kontrolle der Genauigkeit

Zur Funktionskontrolle des Reagenzes und auch zur Kontrolle des Gerätes gemäss ISO 9000 können die zertifizierten Standards HYDRANAL®-Water Standard 1.00 oder HYDRANAL®-Water Standard 0.10 verwendet werden.

### Produktinformationen

Zusätzlich zu diesem LAB INFO stehen Ihnen eine Reihe weiterer Broschüren zu unseren HYDRANAL®-Reagenzien, unser HYDRANAL®-Praktikum sowie die neue HYDRANAL®-Multimedia Guide CD zur Verfügung.

Auf Anfrage senden wir Ihnen diese Informationen gern zu.

Weitere Informationen über die Wasserbestimmung nach Karl Fischer finden Sie im Internet unter: [www.sigma-aldrich.com/hydranal](http://www.sigma-aldrich.com/hydranal)

### Ansprechpartner

Fragen zur Wasserbestimmung nach Karl Fischer und zu den HYDRANAL®-Reagenzien beantwortet Ihnen gern:

Helga Hoffmann  
 Technical Service HYDRANAL®  
 Tel.: ++49-5137/8238-353  
 Fax: ++49-5137/8238-698  
 e-mail: [helga.hoffman@sial.com](mailto:helga.hoffman@sial.com)

Es gelten die Allgemeinen Verkaufsbedingungen des jeweils gültigen Laborchemikalien-Kataloges.

HYDRANAL® ist ein eingetragenes Warenzeichen.

**Tabelle .....** Ausgewählte HYDRANAL® Reagenzien und Standards

Artikel Nr.	Reagenzen	Packungsgrößen
34807	HYDRANAL®-Coulomat A	500 mL
34836	HYDRANAL®-Coulomat AG	500 mL, 1 L
34810	HYDRANAL®-Coulomat AD	500 mL
34726	HYDRANAL®-Coulomat E	500 mL
34843	HYDRANAL®-Coulomat AG-H	500 mL
34739	HYDRANAL®-Coulomat AG-Oven	500 mL
34868	HYDRANAL®-Coulomat Oil	100 mL, 500 mL
34829	HYDRANAL®-Coulomat AF-7	1 L
34820	HYDRANAL®-Coulomat AK	500 mL
34840	HYDRANAL®-Coulomat CG	50 mL Box mit 10 x 5 mL Ampullen
34821	HYDRANAL®-Coulomat CG-K	50 mL Box mit 10 x 5 mL Ampullen

Artikel Nr.	Standards	Packungsgrößen
34828	HYDRANAL®-Water Standard 1.00	40 mL
34847	HYDRANAL®-Water Standard 0.10	40 mL
34748	HYDRANAL®-Water Standard KF-Oven 230 °C	10 g
34693	HYDRANAL®-Water Standard KF-Oven 140-160 °C	10 g

**Argentina**

SIGMA-ALDRICH DE ARGENTINA S.A.  
Free Tel: 0810 888 7446  
Tel: (+54) 11 4556 1472  
Fax: (+54) 11 4552 1698

**Australia**

SIGMA-ALDRICH PTY LTD.  
Free Tel: 1800 800 097  
Free Fax: 1800 800 096  
Tel: (+61) 2 9841 0555  
Fax: (+61) 2 9841 0500

**Austria**

SIGMA-ALDRICH HANDELS GmbH  
Tel: (+43) 1 605 81 10  
Fax: (+43) 1 605 81 20

**Belgium**

SIGMA-ALDRICH NV/SA.  
Free Tel: 0800 14747  
Free Fax: 0800 14745  
Tel: (+32) 3 899 13 01  
Fax: (+32) 3 899 13 11

**Brazil**

SIGMA-ALDRICH BRASIL LTDA.  
Free Tel: 0800 701 7425  
Tel: (+55) 11 3732 3100  
Fax: (+55) 11 5522 9895

**Canada**

SIGMA-ALDRICH CANADA LTD.  
Free Tel: 1800 565 1400  
Free Fax: 1800 265 3858  
Tel: (+1) 905 829 9500  
Fax: (+1) 905 829 9292

**China**

SIGMA-ALDRICH (SHANGHAI)  
TRADING CO. LTD.  
Free Tel: 800 819 3336  
Tel: (+86) 21 6141 5566  
Fax: (+86) 21 6141 5567

**Czech Republic**

SIGMA-ALDRICH S.R.O.  
Tel: (+420) 246 003 200  
Fax: (+420) 246 003 291

**Denmark**

SIGMA-ALDRICH DENMARK A/S  
Tel: (+45) 43 56 59 10  
Fax: (+45) 43 56 59 05

**Finland**

SIGMA-ALDRICH FINLAND OY  
Tel: (+358) 9 350 9250  
Fax: (+358) 9 350 92555

**France**

SIGMA-ALDRICH CHIMIE S.à.r.l.  
Free Tel: 0800 211 408  
Free Fax: 0800 031 052  
Tel: (+33) 474 82 28 00  
Fax: (+33) 474 95 68 08

**Germany**

SIGMA-ALDRICH CHEMIE GmbH  
Free Tel: 0800 51 55 000  
Free Fax: 0800 64 90 000  
Tel: (+49) 89 6513 0  
Fax: (+49) 89 6513 1160

**Greece**

SIGMA-ALDRICH (O.M.) LTD.  
Tel: (+30) 210 994 8010  
Fax: (+30) 210 994 3831

**Hungary**

SIGMA-ALDRICH Kft  
Ingyenes zöld telefon: 06 80 355 355  
Ingyenes zöld fax: 06 80 344 344  
Tel: (+36) 1 235 9055  
Fax: (+36) 1 235 9050

**India**

SIGMA-ALDRICH CHEMICALS  
PRIVATE LIMITED  
Telephone  
Bangalore: (+91) 80 6621 9600  
New Delhi: (+91) 11 4165 4255  
Mumbai: (+91) 22 2570 2364  
Hyderabad: (+91) 40 6684 5488  
Fax  
Bangalore: (+91) 80 6621 9650  
New Delhi: (+91) 11 4165 4266  
Mumbai: (+91) 22 2579 7589  
Hyderabad: (+91) 40 6684 5466

**Ireland**

SIGMA-ALDRICH IRELAND LTD.  
Free Tel: 1800 200 888  
Free Fax: 1800 600 222  
Tel: (+353) 1 404 1900  
Fax: (+353) 1 404 1910

**Israel**

SIGMA-ALDRICH ISRAEL LTD.  
Free Tel: 1 800 70 2222  
Tel: (+972) 8 948 4100  
Fax: (+972) 8 948 4200

**Italy**

SIGMA-ALDRICH S.r.l.  
Numero Verde: 800 827018  
Tel: (+39) 02 3341 7310  
Fax: (+39) 02 3801 0737

**Japan**

SIGMA-ALDRICH JAPAN K.K.  
Tokyo Tel: (+81) 3 5796 7300  
Tokyo Fax: (+81) 3 5796 7315

**Korea**

SIGMA-ALDRICH KOREA  
Free Tel: (+82) 80 023 7111  
Free Fax: (+82) 80 023 8111  
Tel: (+82) 31 329 9000  
Fax: (+82) 31 329 9090

**Malaysia**

SIGMA-ALDRICH (M) SDN. BHD  
Tel: (+60) 3 5635 3321  
Fax: (+60) 3 5635 4116

**Mexico**

SIGMA-ALDRICH QUÍMICA, S.A. de C.V.  
Free Tel: 01 800 007 5300  
Free Fax: 01 800 712 9920  
Tel: 52 722 276 1600  
Fax: 52 722 276 1601

**The Netherlands**

SIGMA-ALDRICH CHEMIE BV  
Free Tel: 0800 022 9088  
Free Fax: 0800 022 9089  
Tel: (+31) 78 620 5411  
Fax: (+31) 78 620 5421

**New Zealand**

SIGMA-ALDRICH NEW ZEALAND LTD.  
Free Tel: 0800 936 666  
Free Fax: 0800 937 777  
Tel: (+61) 2 9841 0555  
Fax: (+61) 2 9841 0500

**Norway**

SIGMA-ALDRICH NORWAY AS  
Tel: (+47) 23 17 60 60  
Fax: (+47) 23 17 60 50

**Poland**

SIGMA-ALDRICH Sp. z o.o.  
Tel: (+48) 61 829 01 00  
Fax: (+48) 61 829 01 20

**Portugal**

SIGMA-ALDRICH QUÍMICA, S.A.  
Free Tel: 800 202 180  
Free Fax: 800 202 178  
Tel: (+351) 21 924 2555  
Fax: (+351) 21 924 2610

**Russia**

SIGMA-ALDRICH RUS, LLC  
Tel: +7 (495) 621 6037  
Fax: +7 (495) 621 5923

**Singapore**

SIGMA-ALDRICH PTE. LTD.  
Tel: (+65) 6779 1200  
Fax: (+65) 6779 1822

**South Africa**

SIGMA-ALDRICH  
SOUTH AFRICA (PTY) LTD.  
Free Tel: 0800 1100 75  
Free Fax: 0800 1100 79  
Tel: (+27) 11 979 1188  
Fax: (+27) 11 979 1119

**Spain**

SIGMA-ALDRICH QUÍMICA, S.A.  
Free Tel: 900 101 376  
Free Fax: 900 102 028  
Tel: (+34) 91 661 99 77  
Fax: (+34) 91 661 96 42

**Sweden**

SIGMA-ALDRICH SWEDEN AB  
Tel: (+46) 8 742 4200  
Fax: (+46) 8 742 4243

**Switzerland**

SIGMA-ALDRICH CHEMIE GmbH  
Free Tel: 0800 80 00 80  
Free Fax: 0800 80 00 81  
Tel: (+41) 81 755 2828  
Fax: (+41) 81 755 2815

**United Kingdom**

SIGMA-ALDRICH COMPANY LTD.  
Free Tel: 0800 717 181  
Free Fax: 0800 378 785  
Tel: (+44) 1747 833 000  
Fax: (+44) 1747 833 313  
SAFC (UK) Free Tel: 0800 71 71 17

**United States**

SIGMA-ALDRICH  
P.O. Box 14508  
St. Louis, Missouri 63178  
Toll-Free: 800 325 3010  
Toll-Free Fax: 800 325 5052  
Call Collect: (+1) 314 771 5750  
Tel: (+1) 314 771 5765  
Fax: (+1) 314 771 5757

**Internet**

sigma-aldrich.com

**World Headquarters**

3050 Spruce St., St. Louis, MO 63103  
(314) 771-5765  
sigma-aldrich.com

**Order/Customer Service** (800) 325-3010 • Fax (800) 325-5052

**Technical Service** (800) 325-5832 • sigma-aldrich.com/techservice

**Development/Bulk Manufacturing Inquiries SAFC™** (800) 244-1173

**The SIGMA-ALDRICH Group**

©2007 Sigma-Aldrich Co. All rights reserved.

SIGMA, SAFC, SAFC, SIGMA-ALDRICH, ISOTEC, ALDRICH, FLUKA, and SUPELCO are trademarks belonging to Sigma-Aldrich Co. and its affiliate Sigma-Aldrich Biotechnology, L.P. Riedel-de Haën® trademark under license from Riedel-de Haën GmbH. Sigma brand products are sold through Sigma-Aldrich, Inc. Sigma-Aldrich, Inc. warrants that its products conform to the information contained in this and other Sigma-Aldrich publications. Purchaser must determine the suitability of the product(s) for their particular use. Additional terms and conditions may apply. Please see reverse side of the invoice or packing slip.



**SIGMA-ALDRICH**

Accelerating Customers' Success  
through Leadership in Life Science,  
High Technology and Service

HYK-DE 8.2007/3