



# ACQUAMETRIA

## Titolazione volumetrica secondo Karl Fischer

### Reagenti senza piridina - Standard di Riferimento

La letteratura chimica presenta molte tecniche e metodiche per la determinazione dell'acqua, variabili in funzione della tipologia di campione.

Essenzialmente, tutte le sostanze possono contenere umidità, come vapore nei gas, in emulsione, come soluto nei liquidi o adsorbita chimicamente nei solidi.

Inoltre la presenza d'acqua in una sostanza può pregiudicarne l'impiego come reagente, solvente o intermedio di sintesi.

Fra tutti i metodi disponibili per la sua determinazione, quello secondo Karl Fischer è sicuramente il più versatile ed efficiente a raggiungere lo scopo.

### Alcune raccomandazioni pratiche

Tutte le analisi secondo Karl Fischer iniziano con il processo di selezione di un campione appropriato; esso deve essere di una conveniente dimensione dipendente dal contenuto medio percentuale di acqua e deve essere accurato, cioè rappresentativo della totalità del materiale da analizzare.

- Molti liquidi sono sufficientemente solubili in metanolo; non si influenza la stechiometria della reazione secondo Karl Fischer se si utilizza meno del 30% dello stesso.
- Il cloroformio può essere usato con metanolo per aumentare la dissoluzione di sostanze non polari; esso influisce sulla cinetica di reazione.
- La formammide può essere utilizzata con metanolo per aumentare la dissoluzione delle sostanze polari; essa accelera la cinetica di reazione.
- Un fornello (100°C - 300°C) può essere utilizzato per estrarre l'umidità da alcune sostanze come i sali o le plastiche, per poi trasferirla alla cella di titolazione mediante una corrente di azoto.
- La distillazione, la volatilizzazione e l'estrazione sono alcuni metodi di separazione del contenuto di acqua in solidi insolubili.

Sequenza di operazioni base

- 1 Introdurre il solvente scelto nel recipiente di titolazione.
- 2 Titolare il solvente (recipiente di titolazione) fino alla sua anidricità con il corrispondente reagente.
- 3 Aggiungere il campione al recipiente di titolazione.
- 4 Titolare il contenuto di acqua con il corrispondente reagente.

## Chimica della reazione

All'inizio del XX secolo, Karl Fischer adattava l'equazione di Bunsen:



per determinare il contenuto di acqua in una soluzione non acquosa.

Ulteriori ricerche dimostravano che la reazione secondo Karl Fischer avviene in diversi stadi:



Il diossido di zolfo reagisce con l'alcool a dare un solfito alchilico, in un'apposita base B, ad un valore di pH ottimale compreso tra 5 e 7, determinante per la velocità di reazione.



In questa seconda reazione si ha l'ossidazione dello zolfo e la riduzione dello iodio attraverso il consumo di una molecola di acqua. Il punto finale della titolazione è accompagnato da una variazione di colore, da giallo pallido a giallo bruno dello iodio in eccesso.

Successivi studi sulla cinetica illustravano che la reazione secondo Karl Fischer è del primo ordine rispetto all'acqua, allo iodio e all'anidride solforosa ed è indipendente dalla concentrazione della base presente; pertanto, la sua funzione fondamentale consiste nella sua capacità di tamponare l'ambiente di reazione.

## Reagenti senza piridina

I primi reattivi commercializzati contenevano piridina come base, ma nel corso degli anni, la piridina si è rivelata un agente instabile e tossico. Le successive formulazioni sono state studiate nell'ottica di migliorare le prestazioni analitiche ed essere "Rispettose dell'Ambiente".

Carlo Erba Reagenti dispone di una linea di reattivi per titolazione volumetrica che non contengono piridina e garantiscono ottima funzionalità.

Aspetti caratterizzanti della nuova linea sono:

- Assenza di odore
- Sicurezza tossicologica durante l'utilizzo
- Cinetica di reazione veloce in un ampio campo di pH
- Stabilità del punto finale di titolazione e tempi minimi di "Drift"
- Accuratezza e Riproducibilità dei risultati
- Stabilità dei reagenti

### Reagenti monocomponente

Il reattivo monocomponente contiene iodio, biossido di zolfo e base in metanolo.

Viene utilizzato come titolante, per il campione disciolto in metanolo anidro.

### Reagenti monocomponente

Reagente base	Dosaggio (mg H <sub>2</sub> O/ml)	Confezionamento (litro)	Codice
Glicole dietilenico monoetere	5	1	457011*
	2	1	457021*

\* Da utilizzarsi in associazione al codice 414881 - Alcole metilico anidro

### Reagenti bicomponente

Il reattivo bicomponente contiene iodio disciolto in metanolo.

Viene utilizzato come titolante, per il campione disciolto nel solvente bicomponente, a base di biossido di zolfo e base in metanolo.

Tale suddivisione dei reagenti garantisce migliori prestazioni analitiche e maggiore stabilità.

### Reagenti per titolazione 2 step

Reagente base	Dosaggio (mg H <sub>2</sub> O/ml)	Confezionamento (litro)	Codice
Alcole metilico	5	1	457041
	2	1	457051

### Solvente per titolazione 2 step

Reagente base	Confezionamento (litro)	Codice
Alcole metilico	1	457061

### Reagenti per titolazione in presenza di aldeidi e chetoni

In presenza di aldeidi e chetoni si possono verificare reazioni collaterali che comportano un errore nella determinazione del punto finale della titolazione.

Per evitare tali problematiche, e' necessario utilizzare i reattivi appropriati.

### Reagente per titolazione in presenza di Chetoni e Aldeidi

Reagente base	Dosaggio (mg H <sub>2</sub> O/ml)	Confezionamento (litro)	Codice
Glicole dietilenico monoetere	5	1	457071

### Solvente per titolazione in presenza di C. e A.

Reagente base	Confezionamento (litro)	Codice
2-cloroetanolo + cloroformio	1	457081

## Standard di Riferimento

Per la standardizzazione dei reattivi, sono disponibili i seguenti prodotti:

Prodotto	Solvente	Confezionamento	Codice
Standard - 5 mg H <sub>2</sub> O/ml	Alcole metilico	0.5 l	457031
Sodio tartrato	---	100 g	483561