

Karl Fischer Volumétrie

Metrohm – Modèle 870 KF Titrino plus

Laboratoire de chimie analytique – CFI/COBRA

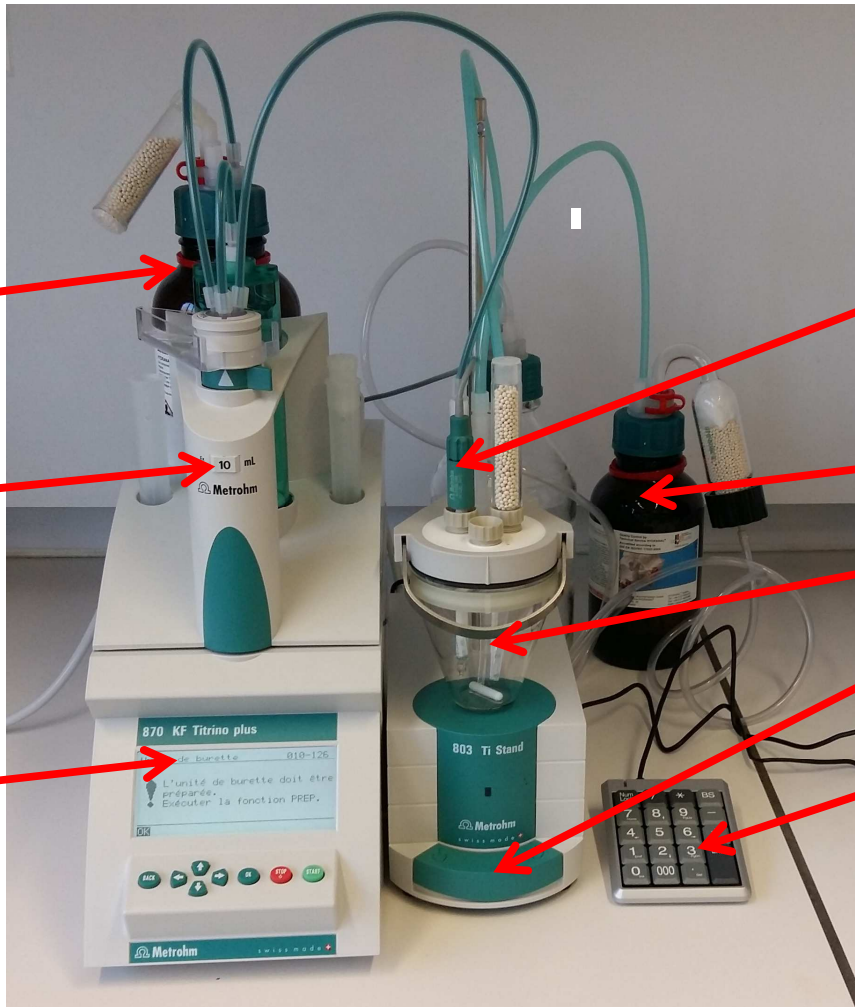
Rédacteur : Grisel Céline

16/07/2019

Sommaire

I.	Appareillage.....	2
II.	Mise en service du Karl Fisher	2
II. 1.	Cellule de titrage	2
II. 2.	Unité interchangeable	2
II. 3.	Remise en route	2
III.	Mise en fonctionnement	3
III. 1.	Conditionnement.....	3
III. 2.	Dosage du titrant 5 par un étalon solide (tartrate de sodium)	4
III. 2. a.	Mesure de la dérive	5
III. 2. b.	Réglage de l'agitation	5
III. 2. c.	Réalisation de la détermination.....	5
III. 3.	Dosage de l'échantillon	7
III. 3. a.	Réalisation de la détermination.....	7
IV.	Vidange de la cellule de titrage	9
V.	Arrêt de l'appareil.....	9
	Pour le TP résine (CFI3).....	11
I.	Détermination du taux d'humidité.....	10
I. 1.	Principe.....	10
I. 2.	Préparation du titrateur	10
I. 2. a.	Cellule de titrage.....	10
I. 2. b.	Mise en fonctionnement	10
I. 2. c.	Dosage du titrant par un étalon solide (Tartrate de sodium).....	12
I. 2. d.	Dosage de l'échantillon	14
II.	Vidange de la cellule de titrage	16
III.	Arrêt de l'appareil.....	16

I. Appareillage



Solution Titrant 5

Burette (Unité interchangeable)

870 KF Titrino plus

Electrode Pt double

Solution Solvant

Cellule de titrage

Ti Stand (pompe)

Pavé numérique

II. Mise en service du Karl Fisher

II. 1. Cellule de titrage

- ✓ Vérifier que la cellule de titrage est propre et sèche avant de mettre en fonctionnement l'appareil.
- ✓ 2 cellules de titrage sont disponibles.

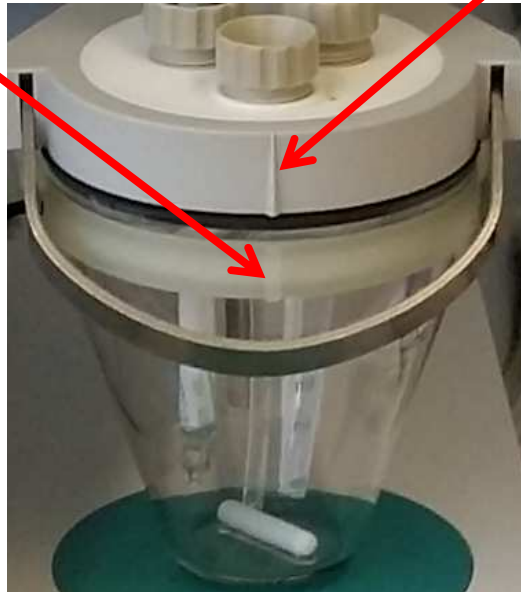
II. 2. Unité interchangeable

- ✓ Placer l'unité interchangeable (burette) par l'avant sur le « 870 KFTitrino plus » et la pousser complètement vers l'arrière. L'enclenchement doit être audible.
- ✓ L'unité qui est installée sur le Karl Fisher contient la solution Titrant 5 avec une burette de 10mL.

II. 3. Remise en route

- ✓ Mettre un barreau aimanté dans la cellule de titrage.

- ✓ Vérifier que l'encoche sur la bague de la cellule est alignée avec celle du couvercle gris

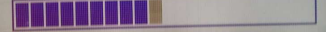


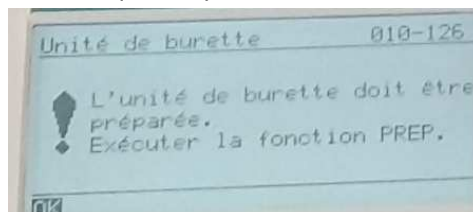
III. Mise en fonctionnement

III. 1. Conditionnement

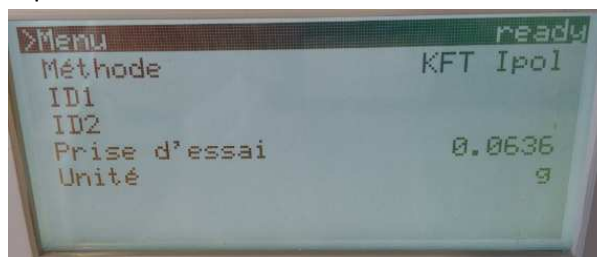
- ✓ Allumer l'appareil en appuyant sur le bouton **STOP** :



- ✓ L'écran s'allume et affiche une barre de progression : 
- ✓ Si une unité de burette est en place, la demande d'exécution de la fonction **PREP** apparaît. Cela permet de rincer tous les tuyaux ainsi que le cylindre de la burette.



- ✓ Confirmer le message en appuyant sur **OK**.
- ✓ La boîte de dialogue principale est affichée



- ✓ Introduire environ 25mL de solution « Solvant » en retirant le **bouchon de la cellule** et en appuyant ensuite sur le **bouton gauche de la pompe** (Ti Stand)

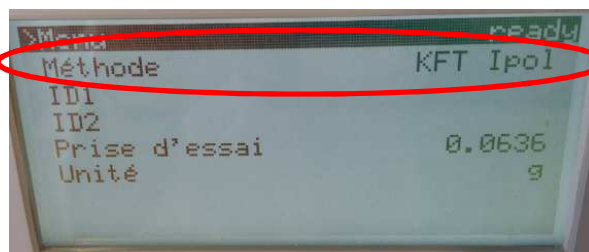


- ✓ Vérifier que l'électrode de Pt double trempe bien dans le solvant.
- ✓ Refermer la cellule en remplaçant le bouchon.

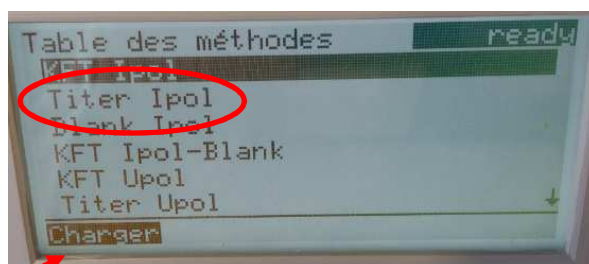
III. 2. Dosage du titrant 5 par un étalon solide (tartrate de sodium)

On peut alors doser le titrant 5 par un étalon solide de tartrate de sodium qui contient 15,66% d'eau.

- ✓ Pour cela, il faut utiliser la méthode **Titer Ipol**
- ✓ Aller sur Méthode, appuyer sur OK



- ✓ Choisir **Titer Ipol** en utilisant les flèches

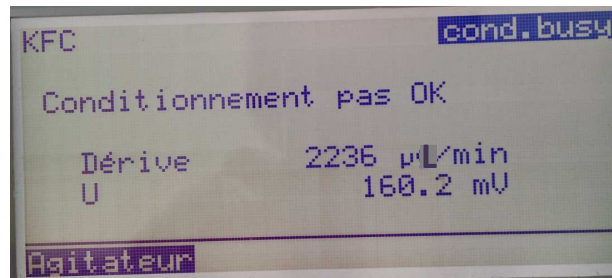


- ✓ Dans la « barre de fonctions », sélectionner **Charger** et appuyer sur **OK**.

- ✓ Si des modifications ont été faites dans la méthode, celle-ci est automatiquement sauvegardée. Il n'est pas possible de sauvegarder une méthode sous un autre nom.
- ✓ Appuyer sur **START** ce qui lance l'agitation et le conditionnement.



- ✓ Le message **Conditionnement pas OK** est affiché jusqu'à ce que le point final soit atteint. Le solvant est titré jusqu'au point final **soit 20 µL/min maximum**.

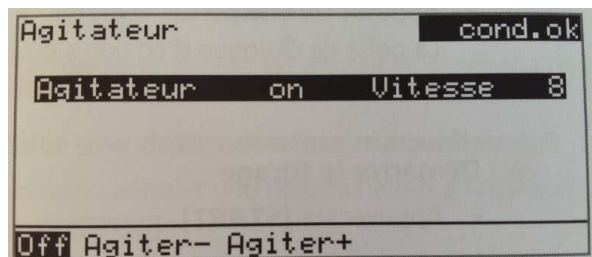


III. 2. a. Mesure de la dérive

- ✓ Lorsque qu'il y a le message **Conditionnement OK**, on peut noter la dérive. Il faut qu'elle soit inférieure à **20µL/min**.

III. 2. b. Réglage de l'agitation

- ✓ Avec la fonction Agitation, la vitesse d'agitation peut être modifiée. En appuyant sur OK, la boîte de dialogue suivante s'ouvre :



- ✓ La vitesse d'agitation peut être réduite ou augmentée avec **Agiter -** ou **Agiter +**. **Off** permet d'arrêter l'agitation.
- ✓ Pour fermer cette boîte de dialogue, appuyer sur **Back**.

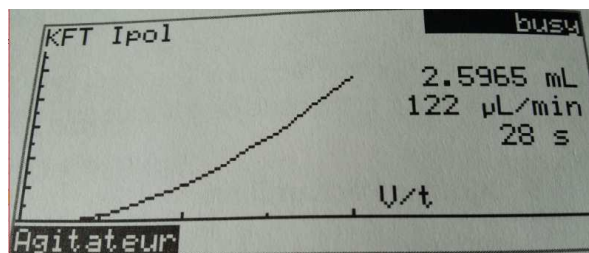
III. 2. c. Réalisation de la détermination

- ✓ Peser le tartrate de sodium (**100mg**) dans un sabot de pesée puis tarer la balance. Laisser le sabot sur la balance.
- ✓ Dès que le **conditionnement est OK** (inférieure à 20µL/min), appuyer sur **START** ce qui arrête le conditionnement.

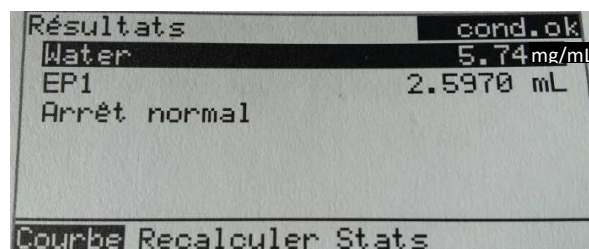
- ✓ Une demande d'ajout d'échantillon est affichée pendant 8s. L'échantillon doit être ajouté rapidement pendant cette durée **en retirant** le bouchon au-dessus de la cellule de titrage.



- ✓ Remettre le bouchon.
- ✓ Reposer le sabot de pesée sur la balance.
- ✓ Sur la boîte de dialogue, la prise d'essai est demandée, appuyer sur **OK**.
- ✓ Entrer la masse (en g) à l'aide du pavé numérique (attention : **num lock** sélectionné) puis valider.
- ✓ Appuyer sur **START** ce qui démarre le titrage.
- ✓ La courbe du titrage s'affiche :



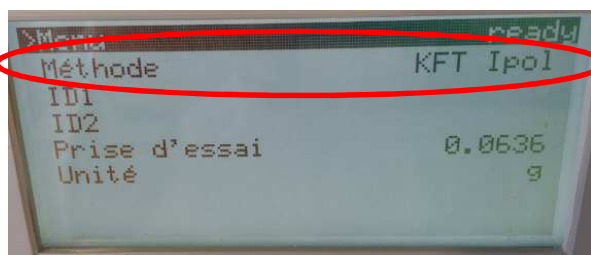
- ✓ Une fois le titrage terminé, la boîte de dialogue du résultat apparaît :



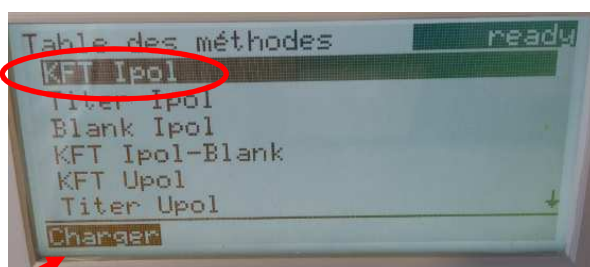
- ✓ Le résultat est exprimé en mg/mL et est automatique pris en compte pour le calcul de la teneur en eau pour le dosage d'un échantillon.
- ✓ Le conditionnement est automatiquement redémarré.
- ✓ Appuyer sur **STOP** pour arrêter le conditionnement et permettre le remplissage de la burette.
- ✓ Puis **Back**.

III. 3. Dosage de l'échantillon

- ✓ Il faut changer la méthode et sélectionner **KFT Ipol**
- ✓ Aller sur Méthode, appuyer sur OK



- ✓ Choisir **KFT Ipol** en utilisant les flèches



- ✓ Dans la « barre de fonctions », sélectionner **Charger** et appuyer sur **OK**.
- ✓ Si des modifications ont été faites dans la méthode, celle-ci est automatiquement sauvegardée. Il n'est pas possible de sauvegarder une méthode sous un autre nom.
- ✓ Redémarrer le conditionnement en appuyant sur **START**.

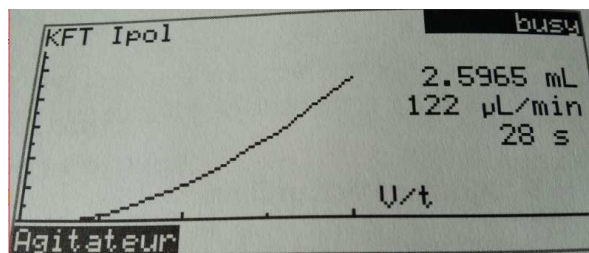
III. 3. a. Réalisation de la détermination

- ✓ Peser l'échantillon (**50mg**) dans un sabot de pesée puis tarer la balance. Laisser le sabot sur la balance.
- ✓ Dès que le **conditionnement est OK** (inférieure à 20 µL/min), appuyer sur **START** ce qui arrête le conditionnement.

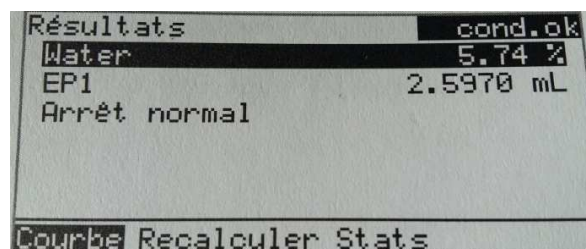
- ✓ Une demande d'ajout d'échantillon est affichée pendant 8s. L'échantillon doit être ajouté rapidement pendant cette durée **en retirant** le bouchon au-dessus de la cellule de titrage.



- ✓ Remettre le bouchon.
- ✓ Reposer le sabot de pesée sur la balance.
- ✓ Sur la boîte de dialogue, la prise d'essai est demandée, appuyer sur **OK**.
- ✓ Entrer la masse (en g) à l'aide du pavé numérique (attention : **num lock** sélectionné) puis valider.
- ✓ Appuyer sur **Start** ce qui démarre le titrage.
- ✓ La courbe du titrage s'affiche :



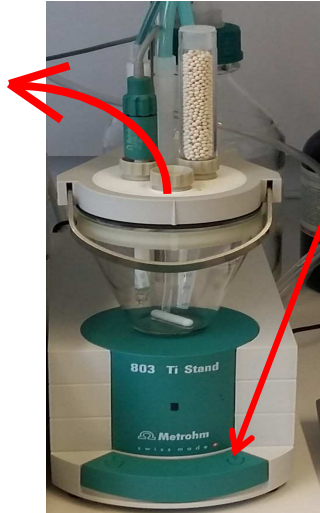
- ✓ Une fois le titrage terminé, la boîte de dialogue du résultat apparaît :



- ✓ Le résultat est exprimé en %
- ✓ Le conditionnement est automatiquement redémarré.
- ✓ Appuyer sur **STOP** pour arrêter le conditionnement et permettre le remplissage de la burette.
- ✓ Une nouvelle analyse d'un échantillon peut être faite directement après.

IV. Vidange de la cellule de titrage

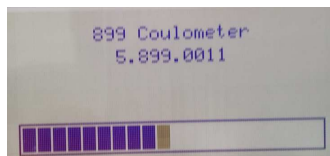
- ✓ Une fois les analyses terminées ou le récipient plein, il faut vidanger la cellule de titrage.
- ✓ Pour cela, **retirer le bouchon** et appuyer ensuite sur le **bouton droit de la pompe** (Ti Stand), ce qui permet l'aspiration du liquide jusque dans le flacon poubelle.



Vider le flacon poubelle dans un bidon de récupération Halogéné à la fin des analyses.

V. Arrêt de l'appareil

- ✓ Appuyer sur **STOP** pour arrêter l'agitation.
- ✓ Faire un appui long sur **STOP** jusqu'à ce que la barre soit pleine.



- ✓ L'appareil s'éteint.
- ✓ Vider le flacon poubelle dans un bidon déchet Halogéné après chaque utilisation.

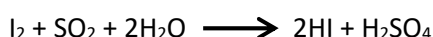
Pour le TP résine (CFI3)

I. Détermination du taux d'humidité

On utilise un titrateur Karl Fisher : méthode très largement utilisée pour le dosage de l'eau

I. 1. Principe

La réaction simplifiée du dosage est la suivante :



Cette réaction d'oxydation nécessite impérativement de l'eau. Ainsi, l'eau est dosée par cette méthode.

Plus en détail, la réaction est effectuée dans du méthanol (non aqueux) en présence d'une base (l'imidazole $C_3H_4N_2$ notée RN) et de dioxyde de soufre SO_2 qui réagissent ensemble pour conduire à :



On ajoute alors l'échantillon et on dose par l'iode (I_2/I^-) ; la réaction est :



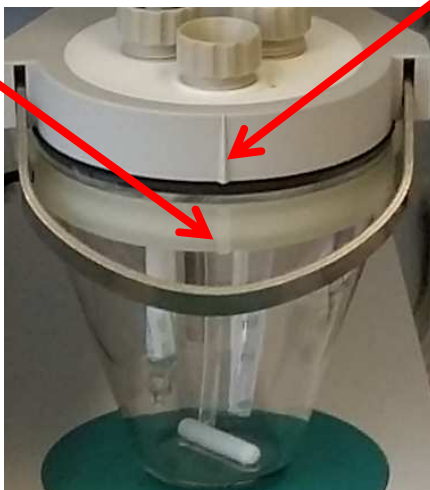
I. 2. Préparation du titrateur

I. 2. a. Cellule de titrage

- ✓ Vérifier que la cellule de titrage est propre et sèche avant de mettre en fonctionnement l'appareil.
- ✓ Vérifier la présence du barreau aimanté dans la cellule.

I. 2. b. Mise en fonctionnement

- ✓ Vérifier que l'encoche sur la bague de la cellule est alignée avec celle du couvercle gris

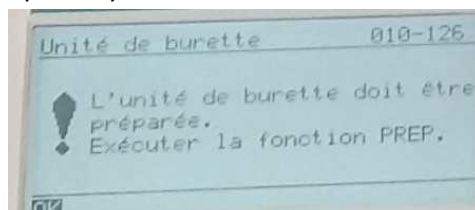
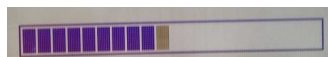


I. 2. b. i. Conditionnement

- ✓ Allumer l'appareil en appuyant sur le bouton **STOP** :



- ✓ L'écran s'allume et affiche une barre de progression :
- ✓ Lorsque la burette est en place, la demande d'exécution de la fonction **PREP** apparaît. Cela permet de rincer tous les tuyaux ainsi que le cylindre de la burette.



- ✓ Confirmer le message en appuyant sur **OK**.
- ✓ La boîte de dialogue principale est affichée



- ✓ Introduire environ 25mL de solution « Solvant » en retirant le **bouchon de la cellule** et en appuyant ensuite sur le **bouton gauche de la pompe** (Ti Stand)

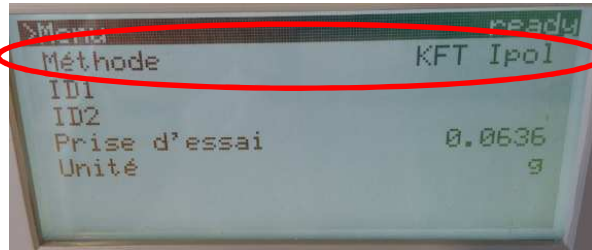


- ✓ Vérifier que l'électrode de Pt double trempe bien dans le solvant.
- ✓ Refermer la cellule en remplaçant le bouchon.

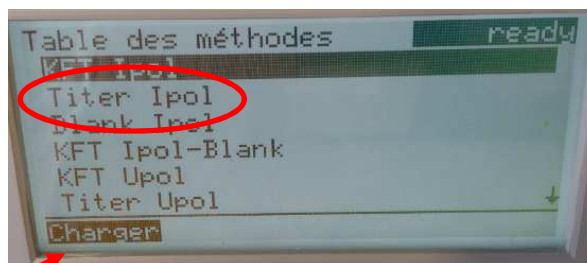
I. 2. c. Dosage du titrant par un étalon solide (Tartrate de sodium)

On peut alors doser le titrant 5 par un étalon solide de tartrate de sodium qui contient 15,66% d'eau.

- ✓ Pour cela, il faut utiliser la méthode **Titer Ipol**
- ✓ Aller sur Méthode, appuyer sur OK



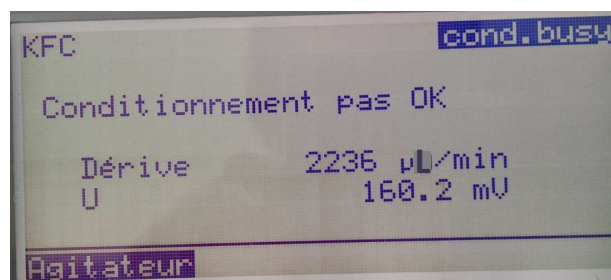
- ✓ Choisir **Titer Ipol** en utilisant les flèches



- ✓ Dans la « barre de fonctions », sélectionner **Charger** et appuyer sur **OK**.
- ✓ Appuyer sur **START** ce qui lance l'agitation et le conditionnement.



- ✓ Le message **Conditionnement pas OK** est affiché jusqu'à ce que le point final soit atteint. Le solvant est titré jusqu'au point final.



I. 2. c. i. Mesure de la dérive

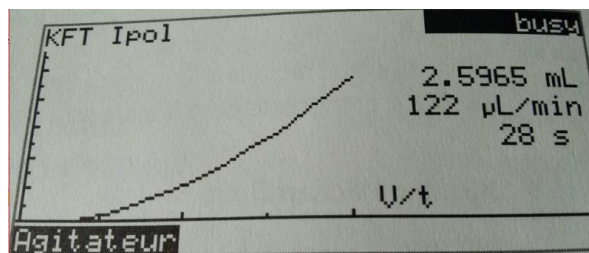
- ✓ Lorsque qu'il y a le message **Conditionnement OK**, on peut noter la dérive. Il faut qu'elle soit inférieure à **20µL/min**.

I. 2. c. ii. Réalisation de la détermination

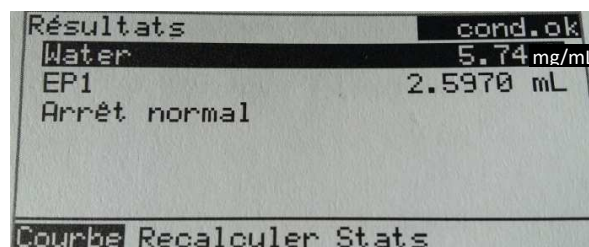
- ✓ Peser le tartrate de sodium (**100mg**) dans un sabot de pesée puis tarer la balance. Laisser le sabot sur la balance.
- ✓ Dès que le **conditionnement est OK** (inférieure à 20 μ L/min), appuyer sur **START** ce qui arrête le conditionnement.
- ✓ Une demande d'ajout d'échantillon est affichée pendant 8s. L'échantillon doit être ajouté rapidement pendant cette durée **en retirant** le bouchon au-dessus de la cellule de titrage.



- ✓ Ajouter l'échantillon et reposer le sabot de pesée sur la balance.
- ✓ Sur la boîte de dialogue, la prise d'essai est demandée, appuyer sur **OK**.
- ✓ Entrer la masse (en g) à l'aide du pavé numérique (attention : **num lock** sélectionné) puis valider.
- ✓ Appuyer sur **START** ce qui démarre le titrage.
- ✓ La courbe du titrage s'affiche :



- ✓ Une fois le titrage terminé, la boîte de dialogue du résultat apparaît :

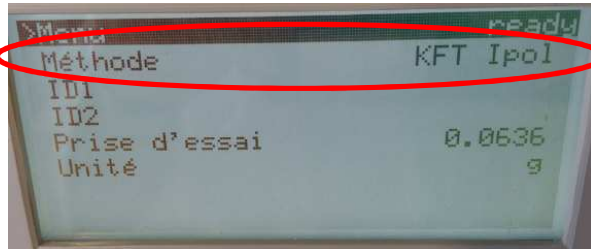


- ✓ Le résultat est exprimé en mg/mL et est automatique pris en compte pour le calcul de la teneur en eau pour le dosage d'un échantillon.
- ✓ Le conditionnement est automatiquement redémarré.

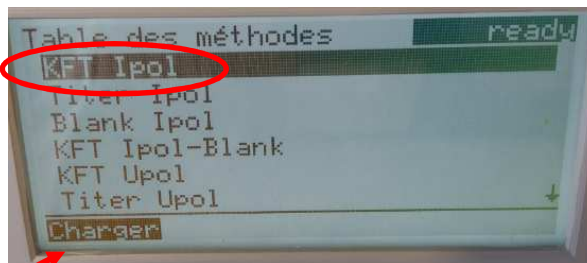
- ✓ Appuyer sur **STOP** puis Back pour arrêter le conditionnement et permettre le remplissage de la burette.

I. 2. d. Dosage de l'échantillon

- ✓ Il faut changer la méthode et sélectionner **KFT Ipol**
- ✓ Aller sur Méthode, appuyer sur OK



- ✓ Choisir **KFT Ipol** en utilisant les flèches



- ✓ Dans la « barre de fonctions », sélectionner **Charger** et appuyer sur **OK**.
- ✓ Redémarrer le conditionnement en appuyant sur **START**.

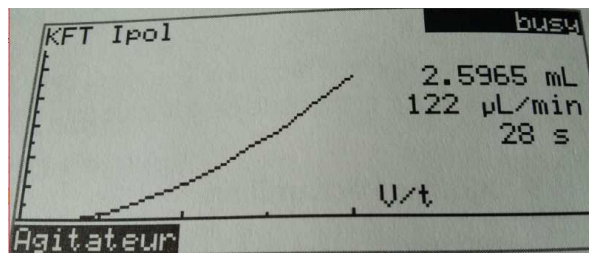
I. 2. d. i. Réalisation de la détermination

- ✓ Peser la résine (**50mg**) dans un sabot de pesée puis tarer la balance. Laisser le sabot sur la balance.
- ✓ Dès que le **conditionnement est OK** (inférieure à 20µg/min), appuyer sur Start ce qui arrête le conditionnement.

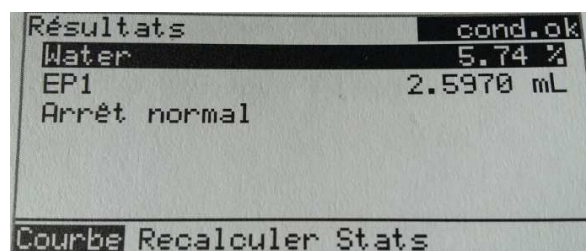
- ✓ Une demande d'ajout d'échantillon est affichée pendant 8s. L'échantillon doit être ajouté rapidement pendant cette durée **en retirant** le bouchon au-dessus de la cellule de titrage.



- ✓ Ajouter l'échantillon et reposer le sabot de pesée sur la balance.
- ✓ Sur la boîte de dialogue, la prise d'essai est demandée, appuyer sur **OK**.
- ✓ Entrer la masse (en g) à l'aide du pavé numérique (attention : **num lock** sélectionné) puis valider.
- ✓ Appuyer sur **START** ce qui démarre le titrage.
- ✓ La courbe du titrage s'affiche :



- ✓ Une fois le titrage terminé, la boîte de dialogue du résultat apparaît :



- ✓ Le résultat est exprimé en %
- ✓ Le conditionnement est automatiquement redémarré.
- ✓ Appuyer sur **STOP** pour arrêter le conditionnement et permettre le remplissage de la burette.
- ✓ Une nouvelle analyse d'un échantillon peut être faite directement après.

II. Vidange de la cellule de titrage

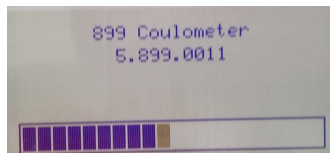
- ✓ Une fois les analyses terminées ou le récipient plein, il faut vidanger la cellule de titrage.
- ✓ Pour cela, **retirer le bouchon** et appuyer ensuite sur le **bouton droit de la pompe** (Ti Stand), ce qui permet l'aspiration du liquide jusque dans le flacon poubelle.



Vider le flacon poubelle dans un bidon de récupération Halogéné à la fin des analyses.

III. Arrêt de l'appareil

- ✓ Appuyer sur **STOP** pour arrêter l'agitation.
- ✓ Faire un appui long sur **STOP** jusqu'à ce que la barre soit pleine.



- ✓ L'appareil s'éteint.
- ✓ Vider le flacon poubelle dans un bidon déchet Halogéné après chaque utilisation.