

دستورالعمل اندازه‌گیری غلظت آب با استفاده از دستگاه کارل فیشر به روش ولومتریک مطابق با استاندارد ASTM E203

1-مقدمه

به‌طور کلی اندازه‌گیری غلظت آب با استفاده از دستگاه کارل فیشر به روش ولومتریک بر مبنای تجزیه و تحلیل مستقیم میزان آب مواد در صنایع مختلف بنیان نهاده شده است. در این روش، با استفاده از الکترو دویل پلاتین، مقدار دقیق غلظت آب برحسب واحد درصد اندازه‌گیری می‌شود. روش انجام آنالیز بر مبنای تیتراسیون حجمی استوار است. انجام این روش به این صورت است که در ابتدا دستگاه با تزریق، حلال آنالیز را خشک کرده و سپس نمونه توسط کاربر به داخل سل آنالیز منتقل می‌شود و سپس با محلول تیترانت KF با غلظت 5 mg/mL مورد سنجش قرار می‌گیرد. از جمله ویژگی‌های دستگاه اندازه‌گیری آب آزاد و پیوندی، قابل استفاده برای انواع نمونه‌ها (مایع، جامد، خمیری)، نتایج قابل تکرار، صحیح و سریع را می‌توان نام برد.

با توجه به طراحی سخت افزاری و نرم افزاری انجام شده، دستگاه تیترا تور ساخته شده در شرکت دانش بنیان ابتکار تجهیز آزما، می‌تواند این آزمون را با صحت و دقت بسیار مناسب انجام دهد. دستگاه کارل فیشر مقدار آب موجود در مواد جامد، حلال‌ها، اسیدهای آلی، الکل‌ها، نمک‌های معدنی و ... را در چند دقیقه اندازه‌گیری می‌کند و در صنایع غذایی و پتروشیمی و دارویی و آرایشی بهداشتی و ... کاربرد بسیاری دارد. از این دستگاه برای اندازه‌گیری مقدار آب در محدوده 0.001 تا 100 درصد استفاده می‌شود. در محلول متانولی، واکنش بین ید و آب با نسبت استوکیومتری 1:1 انجام می‌شود.

در متن آموزشی ارائه‌شده، سعی شده است که تمامی موارد مهم در اندازه‌گیری غلظت آب توسط این دستگاه، اعم از مواد و وسایل مورد نیاز، آماده‌سازی محلول‌ها، آماده‌سازی دستگاه، پارامترهای تنظیم شده و انجام تیتراسیون حجمی به تفصیل توضیح داده شود. همچنین با توجه به اهمیت موضوع استاندارد سازی تیترانت، نیاز است عنوان شود که این دستگاه می‌تواند آزمون مهم استاندارد سازی تیترانت را انجام دهد و غلظت این ماده را تا 4 رقم اعشار بدست آورد. این مورد نقش بسیار بزرگی را در صحت و دقت نتایج آنالیز خواهد داشت.

لازم به ذکر است که در این متن، قسمتی به عنوان "سوالات متداول" نوشته شده است. این قسمت در صورتی که کاربر نتواند به هر دلیلی نتیجه مربوطه را دریافت نکند بسیار اهمیت خواهد داشت. بنابراین با توجه به اولویت قرار دادن نیاز مشتری سعی شده است که کلیه موارد و مشکلاتی که یک کاربر احتمال دارد با آن برخورد داشته باشد در قسمت مربوطه آورده شده است و کاربر می تواند طی مراحل، اشکال ایجاد شده در آنالیز را رفع کند.

در پایان هر آنالیز نیز، گزارش کاملی از تیتراسیون های حجمی انجام شده با تمامی جزییات، با فرمت pdf و همچنین گزارش مختصر (در صورت تمایل کاربر)، ارائه خواهد شد. لازم به ذکر است که این آنالیز بر مبنای استاندارد 16 – ASTM203 ارائه شده است.

2- مواد مورد نیاز

1. حلال کارل فیشر (متانول خشک)

2. تیرانت 5mg/ml kf

3. آب مقطر جهت استاندارد سازی یا آب استاندارد

4. مولکولار سیو

5. سدیم تارتارات

نکات مهم در مورد مواد مورد نیاز

1. متانولی که به عنوان حلال مورد استفاده قرار می گیرد باید متانول خشک باشد. زیرا در صورتی که میزان آب بالایی داشته باشد مقدار تیرانت زیادی جهت مرحله پیش تیتراسیون و خشک کردن آن استفاده می شود و آنالیز به همین علت طولانی می شود.

2. تیرانت مورد استفاده نیز باید از درجه خلوص خوبی برخوردار باشد و حتما قبل از آنالیز نمونه تیرانت را استاندارد کنید. امروزه معرف های تجاری از تامین کنندگان مختلف در دسترس هستند و پیریدین بیشتر با ایمیدازول جایگزین شده است. تیرانت های یک جزیی حاوی ید، دی اکسید گوگرد و ایمیدازول است که در یک الکل مناسب حل شده اند. حلال متانول است. این معرف را می توان تقریباً به مدت دو سال نگهداری کرد. افت تیر، یعنی کاهش غلظت، تقریباً 0.5 میلی گرم در میلی لیتر در سال در یک بطری دربسته طبیعی است. معرف کارل فیشر در سه غلظت مختلف موجود است:

○ 5 میلی گرم در میلی لیتر برای نمونه هایی با محتوای آب 1000 پی پی ام تا 100 درصد

○ 2 میلی گرم در میلی لیتر برای نمونه هایی با محتوای آب کمتر از 1000 پی پی ام،

○ 1 میلی گرم در میلی لیتر برای نمونه هایی با محتوای آب کمتر از 200 پی پی ام.

3. مولکولار سیو

می توان آن را در دمای 200-300 درجه سانتیگراد خشک کرد و دوباره استفاده نمود. میانگین استفاده مولکولار سیو 4-6 هفته است.

همچنین باز ایمیدازول، تیتراسیون سریع تر و دقیق تری را امکان پذیر می کند، زیرا ایمیدازول بافر مطلوب تری در محدوده pH نسبت به پیریدین است. در تیترانت های حاوی ایمیدازول تیترانت حاوی ید، دی اکسید گوگرد و ایمیدازول است که در یک الکل مناسب حل شده است. حلال معمولاً متانول است. نمونه هایی که حلالیت محدودی در متانول دارند می توانند با افزودن کلروفرم، فرمامید و غیره در حلال حل شوند. از آنجایی که تیترانت های KF در بازه های زمانی طولانی تری پس از باز شدن پایدار نیستند، تعیین غلظت باید روزانه انجام شود.

آلدئیدها (R-CHO) و کتونها (R-CO-R) در صورت تیترا شدن با معرف های استاندارد حاوی متانول، استال ها و کتال ها را تشکیل می دهند. در نتیجه، آب اضافی تولید و به طور همزمان تیترا می شود که منجر به محتوای آب بیشتر و همچنین طولانی شدن زمان تیتراسیون می شود. معرف های تک جزئی KF بدون متانول مانند CombiTitrant 5 Keto[®] Apura و (Sigma-Aldrich، Working Medium K و Composite 5K)[®] HYDRANAL (with CombiSolvent Keto، از VWR/MERCK) به صورت تجاری در دسترس هستند تا از این مشکل جلوگیری کنند. این معرف های ویژه برای موادی که با متانول واکنش می دهند مانند آمین ها نیز مناسب هستند.

4. وسایل و تجهیزات مورد نیاز

1) ترازوی دیجیتالی آزمایشگاهی (با 4 رقم اعشار)

2) الکترود دابل پلاتین (Double platin electrode)

3) سرنگ مخصوص 50 میکرولیتری کارل فیشر جهت تزریق آب مقطر برای استانداردسازی

نکته شماره 1: دستگاه کارل فیشر دارای پمپ حلال به همراه دستگاه است به این خاطر، فرآیند افزودن و تخلیه حلال به سل یا از سل آنالیز به سادگی قابل انجام است. برای افزودن حلال، می توانید از بخش "Solvent Pumps" در سمت راست نرم افزار دستگاه یا از کلید "Solvent" تعبیه شده بر روی خود پمپ استفاده نمایید. این امکان به شما اجازه می دهد تا حجم مورد نیاز حلال را به دقت به سل آنالیز وارد کنید. پس از اتمام آنالیز، به منظور تخلیه ایمن محلول از سل، از کلید "Waste" استفاده کنید. این کار از تماس مستقیم کاربر با حلال های مورد استفاده در آنالیز جلوگیری کرده و ایمنی کاربر را تضمین می کند. با استفاده از این روش، هم فرآیند آنالیز به صورت دقیق و کنترل شده انجام می شود و هم از سلامت کاربر محافظت می گردد.

به طور کلی آنالیز با دستگاه کارل فیشر طی چهار مرحله انجام می‌شود:

1. پر کردن ظرف واکنش با حلال

2. پیش تیتراسیون (پذیرش شرایط ظرف تیتراسیون)

3. افزودن نمونه یا آب استاندارد

4. تیتراسیون با معرف KF

سه نوع آنالیز را با دستگاه کارل فیشر می‌توان انجام داد:

1- دریفت

2- استانداردسازی تیترانت

3- تعیین آب نمونه

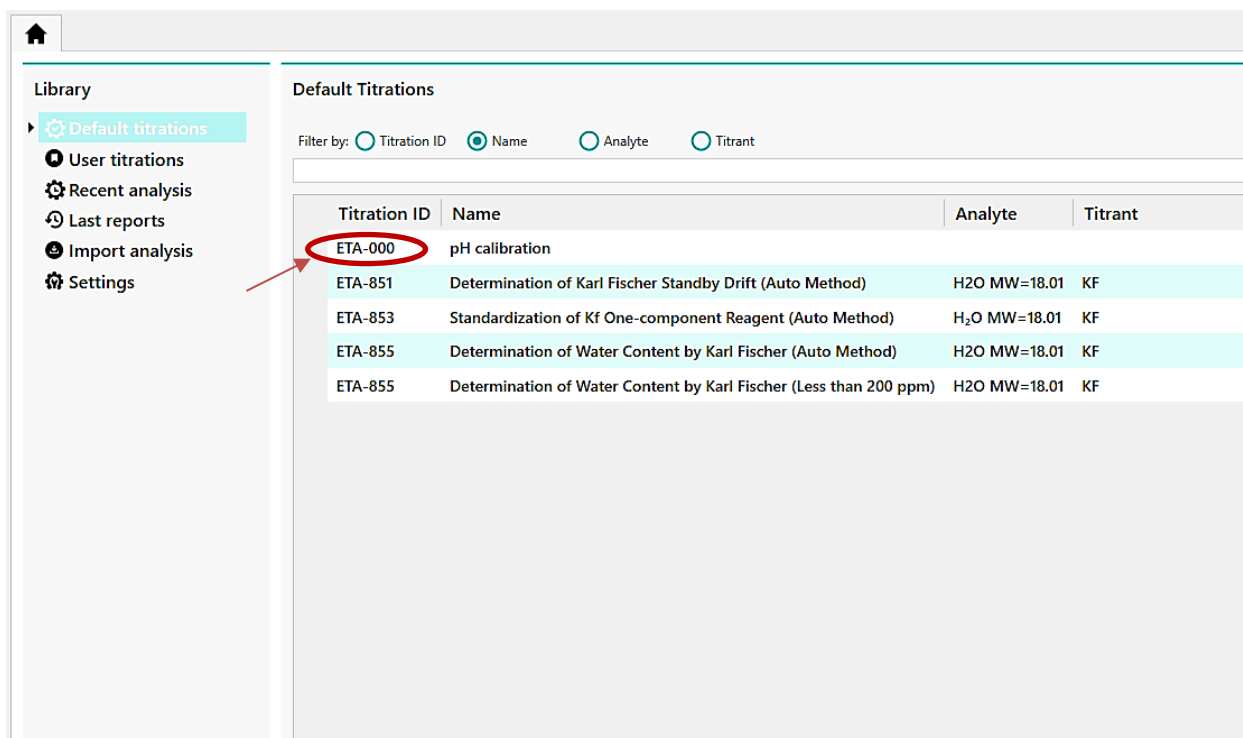
5. استانداردسازی معرف تیترانت

قبل از انجام آزمون استانداردسازی ابتدا باید آزمون دریفت را برای بدست آوردن مقدار رطوبت ورودی به سل آنالیز، در حین زمان آنالیز انجام داد.

دریفت (Standby drift)

رطوبت پس زمینه ای که تیترا تور آن را تشخیص می‌دهد، این رطوبتی است که تیترا تور در داخل سل آنالیز تشخیص می‌دهد که از نمونه شما نمی‌آید، مقدار آبی است که از محیط به درون سل وارد می‌شود و کمتر از 20 میکرولیتر بر دقیقه قابل قبول است.

برای این منظور ابتدا حلال متانول را با فشردن کلید solvent روی پمپ تا قرار گرفتن کامل دو عدد پین پلاتینی الکترود درون متانول اضافه می کنیم. سپس با انتخاب آیدی تیتراسیون 851 از روی صفحه نرم افزار و انتخاب play از بالای صفحه، آنالیز دریافت را شروع می کنیم (شکل 1).



شکل 1

تنظیمات مربوط به نرم افزار آنالیز دریافت در زیر آورده شده است:

1. تنظیمات کنترل تیتراسیون (Titration control)

پارامترهای این قسمت باتوجه به شکل در فایل ارائه شده در نرم افزار، تنظیم شده است و نیازی به تغییر آن پارامترها از جانب کاربر نیست. فقط در صورتی که کاربر بخواهد دور همزن را افزایش دهد، می تواند از قسمت stirrer آن را افزایش بدهد (شکل 2).

Titration control	
Measurement type	Karl fischer
Applied current	20 μ A
Determination type	Standby drift determination
Titration mode	End Point (EP)
Analysis execution type	Single analysis
Stirrer control	
Direction	Counter Clock Wise (CCW)
Speed	500 rpm

شکل 2

2. اطلاعات تیترانت (Titrant data)

در این قسمت نیاز به تغییری وجود ندارد. بعد از استانداردسازی و بدست آوردن غلظت دقیق تیترانت، غلظت در این قسمت به صورت خودکار قرار می گیرد. لازم به تأکید است که در صورتی که از یک تیترازول با غلظت مشخص استفاده می کنید الزاماً غلظت تیترانت را می بایست در قسمت setting وارد کرد تا اینکه نیاز نباشد در هر آنالیز غلظت را دوباره وارد کرد. نرم افزار دستگاه به گونه ای تنظیم شده است که در هنگام باز کردن صفحه، دائماً غلظت از قسمت setting مقدار غلظت تیترانت را خوانده و مبنای محاسبات قرار دهد (شکل 3).

Titrant data	
Name:	KF titrant (KF), 5 mg/mL
Concentration	4.3100 mg/mL
Using titrisol	☒

شکل 3

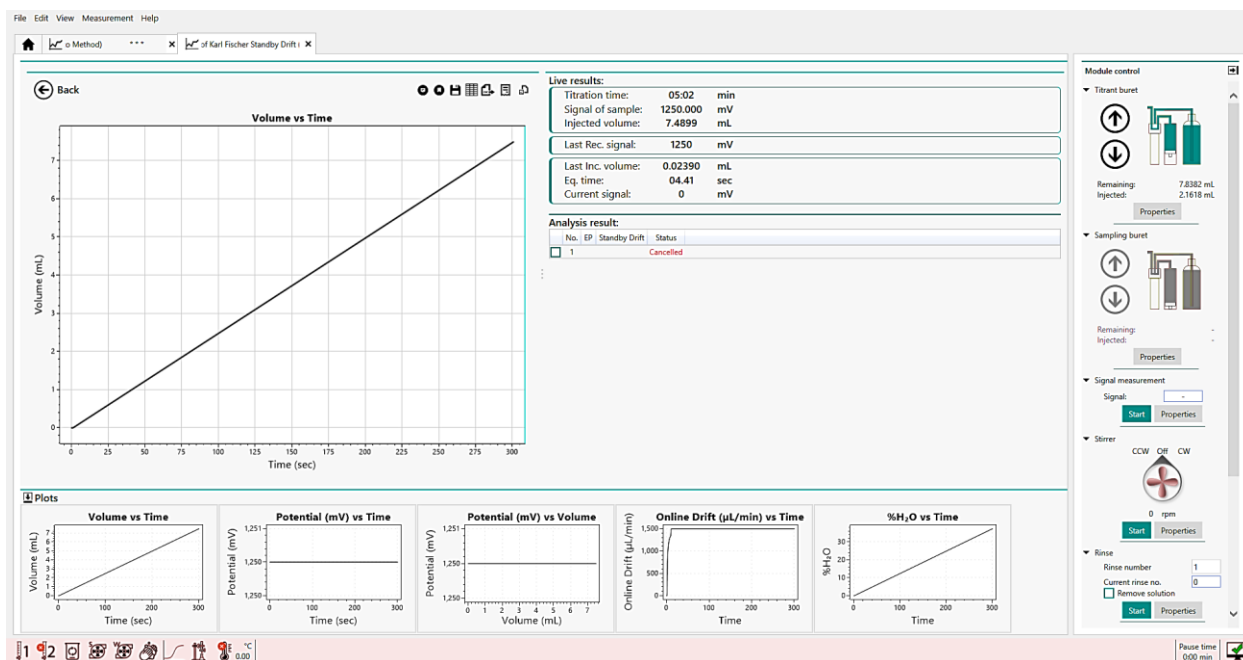
3. اطلاعات الکترود (Electrode information)

در این قسمت، الکترود و واحد اندازه گیری سیگنال انتخاب می شود. تنظیمات این قسمت در فایل ها به صورت پیش فرض قرار گرفته است و لازم به تغییر آن از طرف کاربر نیست (شکل 4).

Electrode information	
Sensor	Double Pt electrode
Thermometer mode	Off
Measurement unit	mV

شکل 4

قبل از آنالیز حتماً از اتصال سوکت الکتروود به پشت دستگاه اطمینان حاصل کنید. در صورتی که اتصال برقرار نباشد شکل گراف آنالیز به صورت زیر خواهد شد (شکل 5).



شکل 5

4. تزریق تیتранت Titrant addition

در این روش با توجه به شرایط تیتراسیون و غلظت نمونه تحت آنالیز، روش تزریق تیترانست توسط دستگاه متفاوت خواهد بود. شکل 6، تصویری از منوبندی نرم افزار، با روش continuous انتخاب شده نشان می دهد. این قسمت به صورت پیش فرض در آنالیزها تعریف شده است و نیازی به تغییر توسط کاربر نیست (شکل 6).

Titrant addition

Mode

Continuous

Speed(min)

0.04

mL/min

Speed(max)

1.5

mL/min

ΔV(min)

0.01

mL

شکل 6

5. اندازه گیری Measurement

در بخش Analysis condition از تنظیمات مستطیل Measurement، پارامترهای تعادلی به‌ازای هر تزریق مشخص می‌شود. پارامترهای این قسمت به‌صورت پیش‌فرض تنظیم شده است و نیازی به تغییر از جانب کاربر نیست. (شکل 7).

Measurement

Analysis condition Continuous measurement

Measurement interval 4 sec

شکل 7

6. اطلاعات تشخیص (Recognition)

پارامترهای این قسمت تعیین کننده تزریق تیترانت در پتانسیل های مختلف و پایان تیتراسیون می باشد. پارامترهای این قسمت به‌صورت پیش‌فرض تنظیم شده است و نیازی به تغییر از جانب کاربر نیست (شکل 8).

Recognition

End Point (EP) recognition type Based on delay time

End point (EP) type Absolute

End Point (EP) value 100 mV

Tendency Negative

Control band 300 mV

شکل 8

7. اطلاعات پایان تیتراسیون (Termination)

پارامترهای مشخص کننده خاتمه تیتراسیون در این قسمت مشخص می‌گردد. در این آنالیز در قسمت maximum time مقدار 300 ثانیه وارد شده است. این به این معنی است که دریافت مشخص خواهد کرد در طول 5 دقیقه چقدر رطوبت از محیط وارد سل خواهد شد. دریافت تا حجم حداکثر 40 سی سی تیترانت ادامه پیدا می

Termination

Maximum time 300 sec

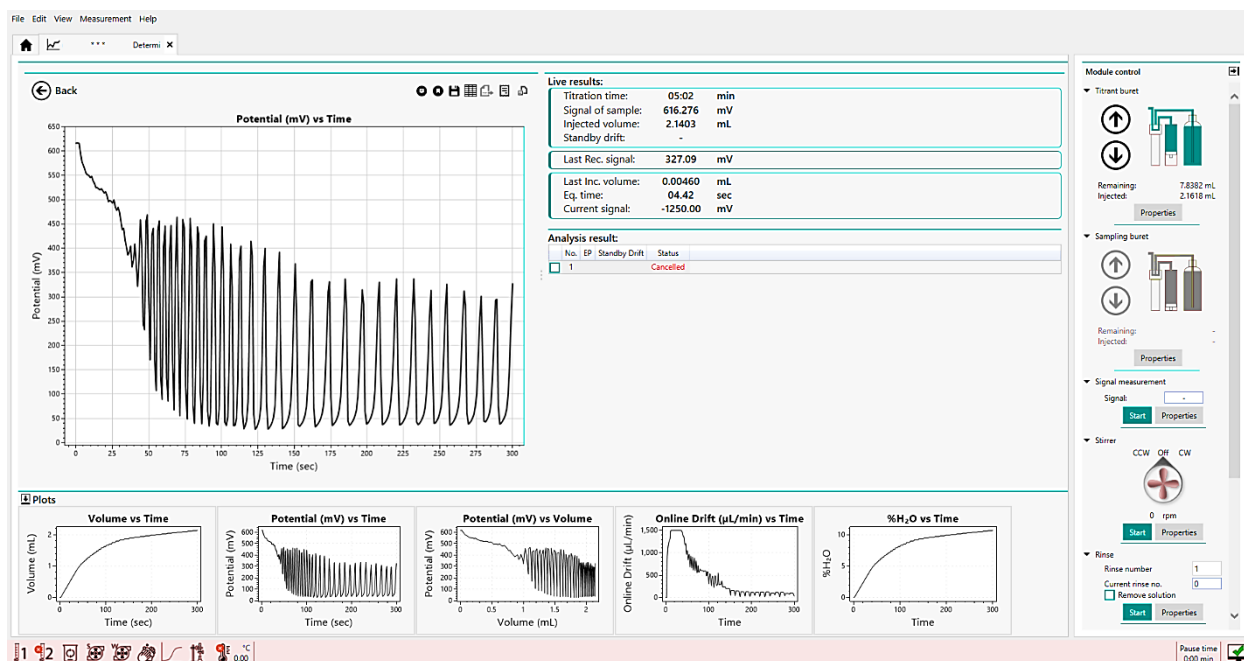
At maximum volume 40 mL

End Point (EP) delay time 15 sec

شکل 9

کند(شکل 9).

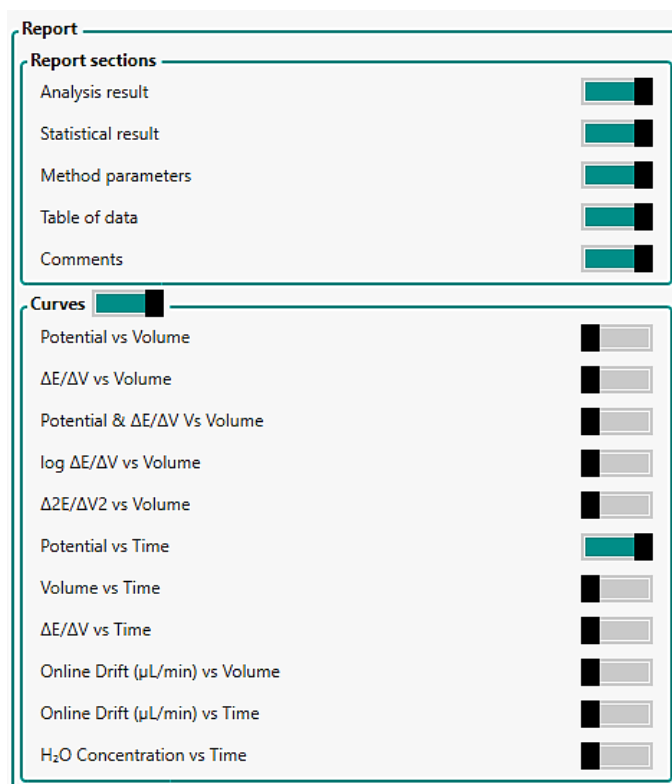
البته این پارامتر باتوجه به بیشترین احتمال برای مصرف تیرانت است و به آن معنی نیست که این مقدار مورد نیاز است. در صورتی که سل آنالیز آب بند نباشد یا به درستی بسته نشده باشد و رطوبت زیاد در حال ورود به سل باشد دریافت به نتیجه نمی رسد یا بسیار طولانی می شود. شکل زیر به علت عدم آب بند بودن سل به نتیجه نرسیده است (شکل 10).



شکل 10

8. Report

در تنظیمات مستطیل Report، محتویات مورد نظر کاربر در گزارش نهایی (با فرمت pdf) توسط کاربر مشخص می شود. هر گزارش محتوی یک سری زیرمجموعه ها است که بعضی از آن ها به صورت دائمی در فایل خروجی هستند و توسط کاربر قابل انتخاب نیستند و بعضی دیگر توسط کاربر و در قسمت Report توسط کلیدهایی انتخاب می شوند (شکل 11)



شکل 11

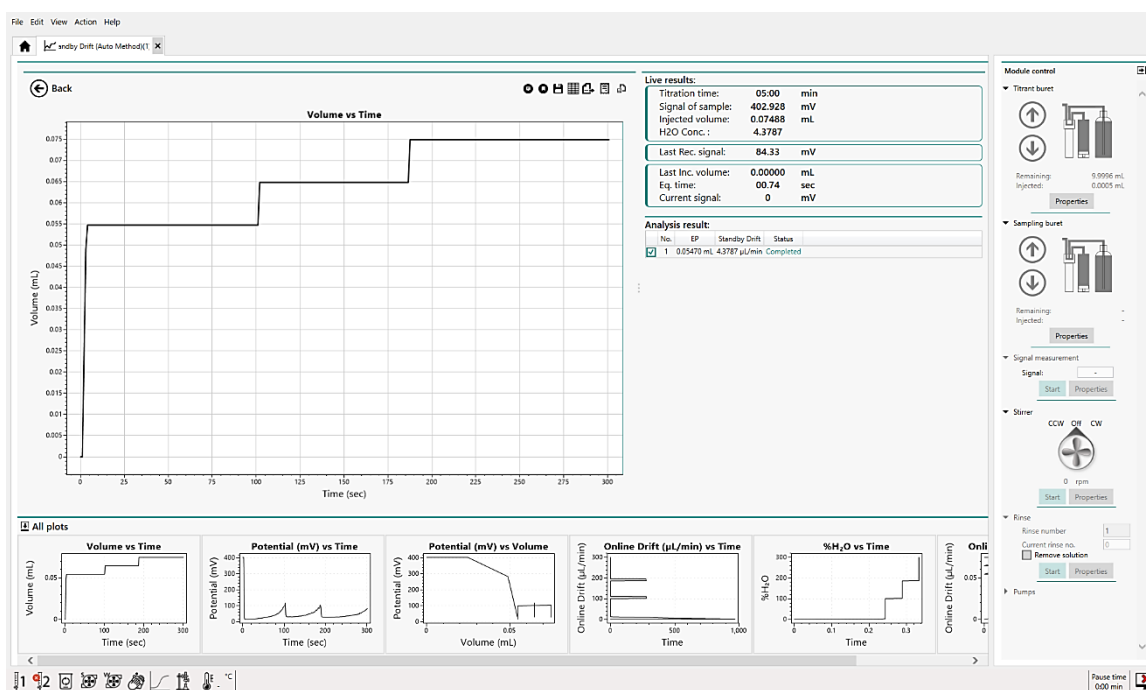
بعد از خاتمه هر آنالیز، پیامی از طرف نرم‌افزار در صفحه ظاهر می‌شود و از کاربر می‌خواهد که در صورت تمایل، آنالیز را با اسم و مکان انتخابی ذخیره کند. با کلیک بر روی گزینه OK دو عدد فایل در مکان انتخابی ذخیره می‌گردد.

9. Instruction

بعد از انتخاب یک روش تیتراسیون از قسمت library و باز شدن tab آنالیز مربوطه، در صورت لزوم کاربر می‌تواند، بر روی مستطیل Instruction کلیک کرده و فایل راهنمای تیتراسیون انتخاب شده را، مشاهده کند. محتویات فایل راهنما، شامل تمامی قسمت‌های گزارش تیتراسیون به جز Analysis result است؛ بنابراین کاربر می‌تواند قبل از شروع تیتراسیون از روش ساخت نمونه و تیرانت، روش انجام تیتراسیون، موارد قابل ذکر و مهم در روش انجام تیتراسیون و در نهایت پارامترهای تنظیمی مطلع شود.

نکاتی در مورد دریافت

1. اگر دریافت بالاتر یا پایین تر از حد معمول بود باید سل تیتراسیون را تمیز کرد و حلال جدید اضافه کرد.
 2. اگر دریافت صفر باشد یعنی بیش از حد تیترا انجام شده است. رنگ زرد تیره تر از حد معمول و سیگنالی کمتر از نقطه پایانی.
 3. اگر دریافت پس از پیش تیتراسیون حلال تازه خیلی بالا رود: مولکولار سیو را تعویض کنید و از عدم ورود هوا به داخل سل اطمینان حاصل کنید.
 4. اگر دریافت پس از تیتراسیون نمونه بالا باشد: یعنی نمونه به طور کامل حل نشده و در حال آزاد کردن آب است زمان مخلوط شدن نمونه را افزایش دهید یا حلالی استفاده کنید که نمونه را کامل حل کند.
- نمونه ای از آنالیز standby drift را در تصویر زیر مشاهده می کنید (شکل 12).



شکل 12

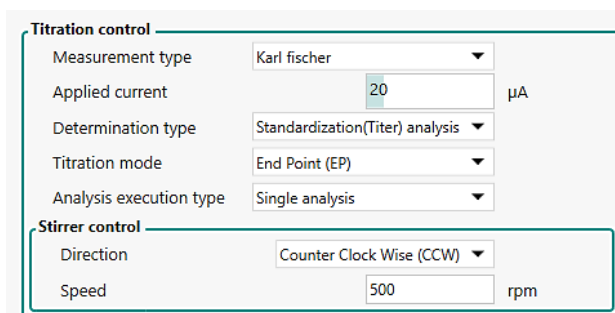
استانداردسازی تیترانت

بعد از آنالیز دریافت، آنالیز استانداردسازی با آب مقطر یا دی سدیم تارتارات یا آب استاندارد انجام می شود.

1. استاندارد جامد برای تعیین غلظت تیترانت، دی سدیم تارتارات دی هیدرات با جرم مولی 230.08 و 15.66 درصد آب است، که باید کاملاً حل شود و محلول شفاف به دست آید و شیری رنگ نباشد.

کنترل تیتراسیون (Titration control)

پارامترهای این قسمت با توجه به شکل در فایل ارائه شده در نرم افزار، تنظیم شده است و نیازی به تغییر آن پارامترها از جانب کاربر نیست. تنها در صورتی که کاربر تمایل داشته باشد، می تواند سرعت همزن را با توجه به مقدار نمونه خود یا حلال بیشتری که در سل قرار دارد تغییر دهد (شکل 13).

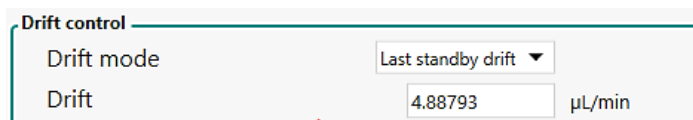


Titration control	
Measurement type	Karl fischer
Applied current	20 µA
Determination type	Standardization(Titer) analysis
Titration mode	End Point (EP)
Analysis execution type	Single analysis
Stirrer control	
Direction	Counter Clock Wise (CCW)
Speed	500 rpm

شکل 13

دریفت (Drift control)

مقدار دریفت با توجه به آخرین آنالیز standby drift انجامش شده توسط کاربر به صورت خودکار توسط نرم افزار در این قسمت قرار می گیرد (شکل 14).



Drift control	
Drift mode	Last standby drift
Drift	4.88793 µL/min

شکل 14

اطلاعات نمونه (Sample information)

در اینجا کاربر باید اطلاعات مربوط به وزن نمونه را در قسمت sample amount وارد کند. سایر پارامترهای این قسمت در فایل ها به صورت پیش فرض تنظیم شده است و لازم به تغییر آن از طرف کاربر نیست (شکل 15).

Sample Information

Sample name: Sodium tartrate dihydrate

Date: 16/06/2025 15

Time: 13:31:35

Amount of sample

Sample amount unit: gr

Use prepared sample ☐

Sample amount: 0.04 gr

Blank volume: 0.0000 mL

Purity : 15.66 %

Analyte

Search for Analyte(s) :

Selected analyte(s): Sodium tartrate dihydrate, M=230.08

Stoichiometric ratio(Z): $\frac{\text{mol(KF)}}{\text{mol}(\text{C}_4\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}$ 1

EQP information

Equivalence point NO. : 1

Solvent information

Solvent: Methanol, Density=0.7918(g/mL)

Solvent amount: 60 mL

Automatic injection by pump: ☐

Stirring information

Stirring time after sampling (Pause time) : 200 sec

شکل 15

اطلاعات تیترانت (Titrant data)

غلظت تیترانتی که در اینجا قرار دارد همان غلظت حاصل آنالیز استانداردسازی است که توسط نرم افزار در اینجا قرار میگیرد همچنین می توان غلظت را به صورت دستی در اینجا وارد کرد یا تغییر داد و از آنجایی که غلظت حاصل آنالیز استانداردسازی در قسمت تیترانت بخش setting نرم افزار ذخیره می شود و غلظت تیترانت از آنجا خوانده میشود باید در صورت وارد کردن غلظت به صورت دستی غلظت را در آنجا هم وارد کرد(شکل 16).

Titrant data

Name: KF titrant (KF), 5 mg/mL

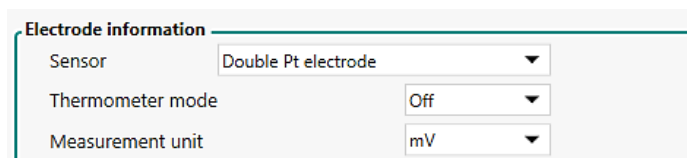
Concentration 4.31000 mg/mL

Using titrisol ☐

شکل 16

اطلاعات الکترود Electrode Information

در این قسمت، الکترود و واحد اندازه‌گیری سیگنال انتخاب می‌شود. تنظیمات این قسمت در فایل‌ها به صورت پیش فرض قرار گرفته است و لازم به تغییر آن از طرف کاربر نیست (شکل 17).

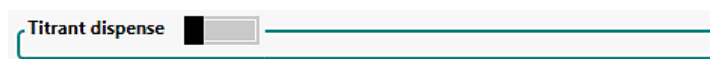


Electrode information	
Sensor	Double Pt electrode
Thermometer mode	Off
Measurement unit	mV

شکل 14

اطلاعات تزریق اولیه تیترانت Titrant dispense

در این آزمون احتیاج به تزریق اولیه تیترانت نیست؛ بنابراین کلید فعال‌سازی آن در حالت خاموش (disable) است (شکل 18).



Titrant dispense

شکل 15

تزریق تیترانت Titrant addition

در این قسمت روش تزریق تیترانت توسط دستگاه را مشاهده می‌کنید. در این روش تزریق تیترانت به صورت پیوسته با سرعت‌های تعریف شده در طی آنالیز انجام می‌شود. این قسمت به صورت پیش فرض در آنالیزها تعریف شده است و نیازی به تغییر توسط کاربر نیست (شکل 19).

Titrant addition		
Mode	Continuous ▼	
Speed(min)	0.04	mL/min
Speed(max)	1.5	mL/min
ΔV (min)	0.01	mL

شکل 19

اطلاعات تشخیص (Recognition)

پارامترهای وارد شده در این قسمت تعیین کننده نقطه پایانی یا هم ارز در تیتراسیون است. تنظیمات این قسمت در فایل ها به صورت پیش فرض قرار گرفته است و لازم به تغییر آن از طرف کاربر نیست (شکل 20).

Recognition	
End Point (EP) recognition type	Based on delay time ▼
End point (EP) type	Absolute ▼
End Point (EP) value	100 mV
Tendency	Negative ▼
Control band	300 ✕ mV

شکل 20

اطلاعات پایان تیتراسیون (Termination)

پارامترهای مشخص کننده خاتمه تیتراسیون در این قسمت مشخص می گردد. در این آنالیز در قسمت At maximum volume مقدار 40 میلی لیتر را وارد شده است. البته این پارامتر با توجه به بیشترین احتمال برای مصرف تیترانت است و به آن معنی نیست که این مقدار مورد نیاز است. نیاز است که مقدار وزن نمونه به صورتی تنظیم شود که مقدار تیترانت مورد نیاز از مقدار 40 میلی لیتر تجاوز نکند. طبق زمان وارد شده در قسمت maximum time بر اساس ثانیه، آنالیز حداکثر تا زمان وارد شده ادامه پیدا می کند و بعد از آن متوقف می شود. همه پارامترهای این قسمت به صورت پیش فرض در فایل ها قرار گرفته اند و لازم به تغییر آن از طرف کاربر نیست. (شکل 21).

Termination		
Maximum time	600	sec
At maximum volume	40	mL
End Point (EP) delay time	15	sec

شکل 21

سدیم تارتارات دی هیدرات

سل را به وسیله پمپ تا قرار گرفتن پین های الکترود در حلال پر کنید (شکل 22).



شکل 22

1. ابتدا از صفحه نرم افزار فایل استاندارد سازی (ETA-853) را انتخاب کنید. آنالیز را با انتخاب play از بالای صفحه آغاز کنید.
2. قاشقک مخصوص را روی ترازو قرار دهید و ترازو را صفر کنید. مقدار مناسب سدیم تارتارات را وزن کنید. دوباره ترازو را صفر کنید. بعد از آمدن پیام جهت وارد کردن ماده به درون سل آنالیز به سرعت درپوش سپتوم را بردارید، سدیم تارتارات را اضافه کنید و درپوش را دوباره قرار دهید. هنگام اضافه کردن استاندارد جامد مراقب باشید که هیچ سدیم تارتاراتی به الکترود یا دیواره ظرف تیتراسیون نچسبد.
3. پس از اضافه شدن استاندارد، قاشقک مخصوص را دوباره روی ترازو قرار دهید.
4. وزن نمونه را در نرم افزار وارد کنید. و تیتراسیون را ادامه دهید.

تارتارات به آرامی در متانول حل می شود، بنابراین قبل از آنالیز آن را پودر ریز کنید و بین 0.04 تا 0.08 گرم از آن را وزن کنید و به مدت 3 دقیقه اجازه دهید به هم بخورد تا کاملاً حل شود. نمی توان بیش از 3 بار با 60 سی

سی متانول این تیتراسیون را انجام داد. هنگام وزن کردن آن در قاشک و اضافه کردن آن درون سل دقت کنید که بر روی دیواره سل یا الکتروود نریزد.

نکته: اگر در تعیین غلظت با سدیم تارتارات مقدار افزایش یافت: دی سدیم تارتارات حلالیت محدودی دارد در 40 سی سی متانول حداکثر 0.12 حل می شود. حلال را مرتباً تعویض کنید.

استاندارد کردن با آب مقطر

1. پس از انتخاب فایل استانداردسازی (ETA-853). آنالیز را با انتخاب play از بالای صفحه آغاز کنید.
2. یک سرنگ میکرولیتری را با 20 میکرولیتر آب مقطر پر کنید. سرنگ را در شکل 23 مشاهده می کنید.



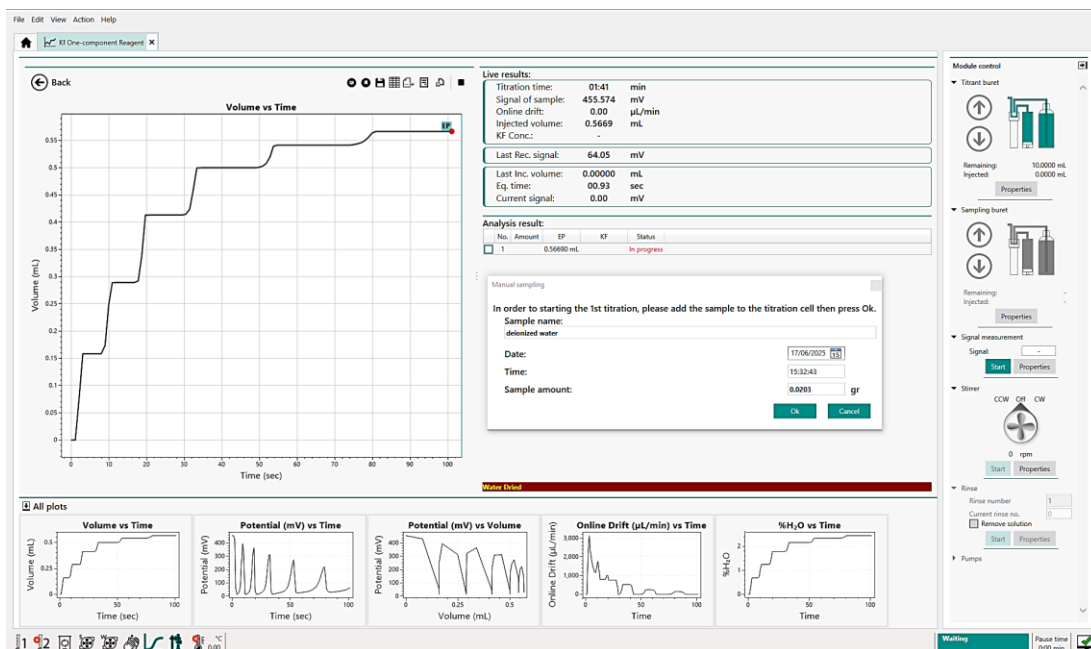
شکل 23

اطمینان حاصل کنید که هیچ حباب هوا در سرنگ وجود ندارد، زیرا این منجر به نتایج غیر قابل تکرار می شود. در صورت وجود حباب چندین بار پر و خالی کردن را به آرامی انجام دهید. بعد از پر کردن سرنگ، کمی آن را به عقب بکشید تا قطره ای از سر نیدل سرنگ به بیرون ریخته نشود. و نیدل را با دستمال تمیز کنید.

3. سرنگ را روی ترازو قرار دهید و ترازو را صفر کنید.

بعد از آمدن پیام جهت وارد کردن آب مقطر به درون سل آنالیز، به سرعت از طریق سپتوم آب مقطر را به داخل ظرف تیتراسیون تزریق کنید. هنگام اضافه کردن آب مقطر مراقب باشید که آب مقطر بر روی الکتروود یا دیواره ظرف تیتراسیون ریخته نشود. حتماً بعد از تزریق آب پیستون سرنگ را کمی به سمت بیرون بکشید تا اگر قطره

در نیدل است به سمت داخل کشیده شود و به سپتوم نچسبد. در پیام زیر مقدار وزن شده را وارد کنید و اوکی را انتخاب کنید(شکل 24).



شکل 24

4. شکل زیر نمونه ای از تزریق آب مقطر به درون سل جهت استانداردسازی است. حتما دقت شود که نمونه روی دیواره ظرف یا الکترود ریخته نشود. همچنین هنگام کشیدن هوا بعد از تزریق مراقب باشید سرنگ درون مایع وارد نشده باشد(25).

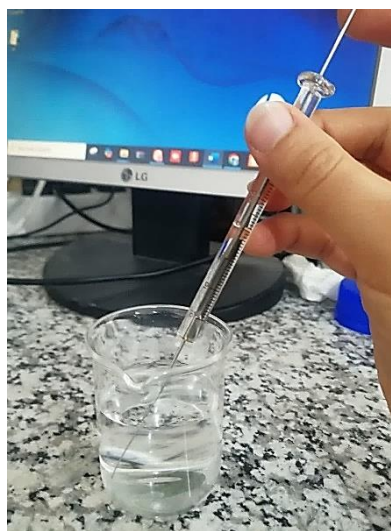


شکل 25

5. در شکل 14 نحوه پر کردن سرنگ (20میکرولیتر) با آب مقطر را مشاهده می کنید. با چند بار پر و خالی کردن سرنگ اطمینان حاصل کنید که حباب هوایی به داخل کشیده نمی شود. همان طور که در شکل 26 مشاهده می کنید بعد از پر کردن سرنگ، سرنگ را از آب مقطر بیرون آورده و پیستون را اندکی به عقب بکشید تا هوا به داخل وارد شود و در جریان تزریق به داخل سل قطره ای از نوک نیدل به بیرون نریزد (شکل 27). بعد از تزریق به داخل سل (شکل 25) از طریق سپتوم، قبل از بیرون آوردن از سل، پیستون را کمی به عقب بکشید تا آب مقطری در نوک نیدل باقی نماند که به سپتوم بچسبد (شکل 28).



شکل 27



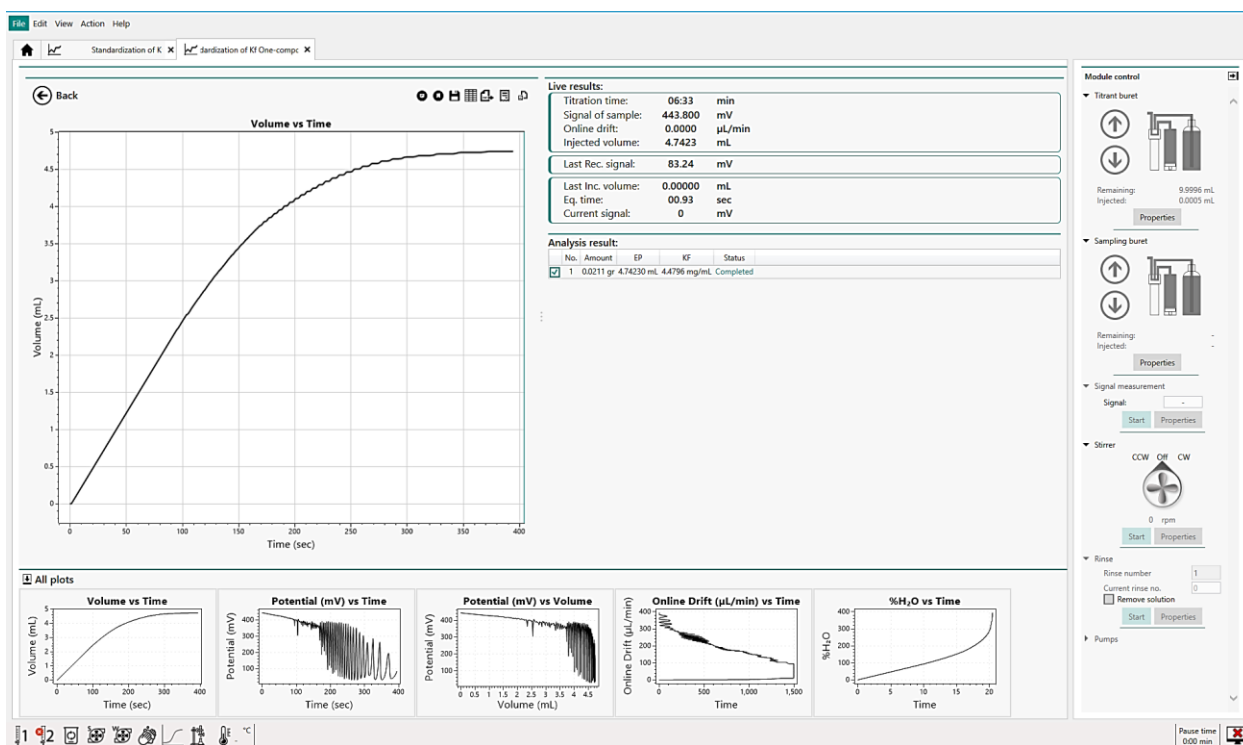
شکل 26



شکل 28

6. سرنگ را روی ترازو قرار دهید. حجم نمونه اضافه شده را در نرم افزار وارد کنید. آنالیز را با انتخاب OK ادامه دهید. در ابتدای تیتراسیون پتانسیل زیاد است و با کاهش مقدار آب پتانسیل کاهش می یابد.

نمونه ای از آنالیز استانداردسازی را در تصویر زیر مشاهده می کنید(شکل 29).



شکل 29

آب استاندارد

مانند روش استاندارد کردن با آب مقطر با اب استاندارد استانداردسازی را انجام دهید. در تصویر زیر آب استاندارد را مشاهده می کنید(شکل 30).



شکل 30

1. آمپول حاوی استاندارد را همانطور که سازنده توصیه می کند باز کنید . در نظر داشته باشید که به محض باز کردن آمپول سریعاً باید مراحل را انجام دهید. زیرا درصد آب آن به سرعت تغییر می کند.
2. تقریباً 1 میلی لیتر از استاندارد را داخل سرنگ بکشید.
3. نوک سوزن را از مایع خارج کرده و پیستون را تا حداکثر حجم به عقب بکشید. سرنگ را تکان دهید تا با استاندارد شسته شود. سپس استاندارد داخل سرنگ را دور بریزید.
4. محتویات باقیمانده آمپول را داخل سرنگ بکشید. پیستون را کمی به عقب بکشید.
5. مایع اضافی اطراف نیدل را با دستمال کاغذی تمیز کنید.
6. سوزن را روی ترازو قرار دهید و ترازو را صفر کنید.
7. مقدار وزن شده را در پیام زیر وارد کنید(شکل 31).

Manual sampling

In order to starting the 1st titration, please add the sample to the titration cell then press Ok.

Sample name:
deionized water

Date: 17/06/2025 15

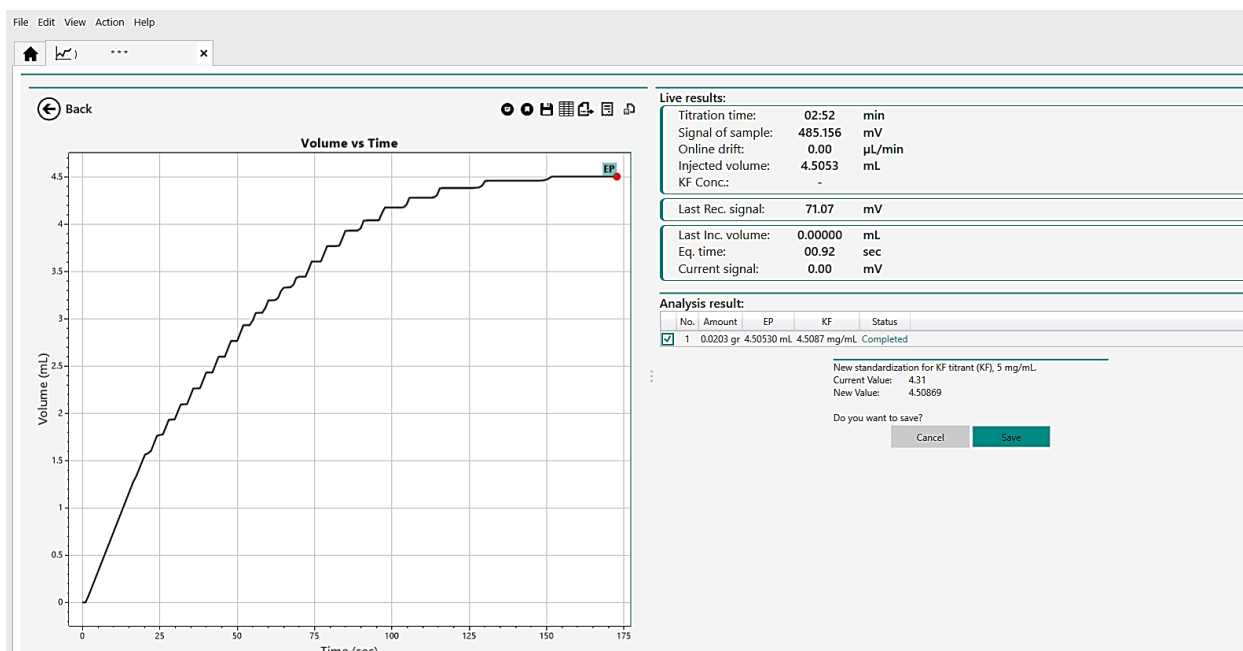
Time: 15:32:43

Sample amount: 0.0203 gr

Ok Cancel

شکل 31

8. سپس بقیه مراحل را همان طور که برای آب مقطر گفته شد انجام دهید.
- در انتهای آنالیز استانداردسازی پیامی ظاهر می شود و از کاربر پرسیده می شود که آیا تمایل دارد غلظت بدست آمده تیترانت در نرم افزار ذخیره شود یا خیر(شکل 32). در صورت انتخاب گزینه ذخیره کردن غلظت در قسمت setting نرم افزار ذخیره می شود و در آنالیزهای اندازه گیری غلظت نمونه با این تیترانت جهت محاسبه مورد استفاده قرار می گیرد.



شکل 32

آنالیز اندازه گیری مقدار آب نمونه:

سرنگ را تا یک چهارم از نمونه پر کنید. پیستون را بیرون کشیده و با تکان دادن سرنگ، با نمونه آن را بشوید و سرنگ را خالی کنید. دو یا سه بار شستشو را تکرار کنید.

سرنگ را با نمونه پر کنید و سوزن را با دستمال کاغذی پاک کنید. سرنگ را روی ترازو قرار دهید و وزن را صفر کنید. آنالیز را استارت کنید و بعد از مرحله پیش تیتراسیون و خشک کردن حلال و آمدن پیام اضافه کردن نمونه ، نمونه را از طریق درپوش سپتوم سل تیتراسیون تزریق کنید. در همان حالت پیستون را عقب بکشید تا قطره نوک سوزن دوباره به داخل سوزن کشیده شود. در غیر این صورت با برداشتن سرنگ، قطره به سپتوم می چسبد. سرنگ را دوباره روی ترازو قرار دهید و وزن را تا 4 رقم اعشار بخوانید. وزن را در پیام آمده وارد کنید و اوکی را انتخاب کنید.

نمونه های جامد را می توان مستقیماً به ظرف تیتراسیون منتقل کرد. برای این گونه نمونه ها باید با سرعت وزن کردن نمونه انجام شود و اضافه شود تا قرار گرفتن در معرض هوا به حداقل برسد.

برای اندازه گیری با دقت و تکرارپذیری در محدوده 25 پی پی ام تا 100 درصد آب توصیه می شود از حداقل اندازه نمونه در جدول زیر استفاده کنید. مقدار نمونه بر حسب گرم را به ازای محتوای آب نمونه مورد انتظار در جدول زیر مشاهده می کنید.

مقدار نمونه (گرم)	محتوای آب نمونه
0.02-0.05g	100%
0.05-0.25g	50%
0.25-0.5g	10%
0.5-2.5g	5%
2.5-5.0g	1%
5.0-7.5g	0.5%
7.5-10.0g	0.1%
10.0-15g	100ppm
>20.0g	25ppm

نرم افزار را با کلیک بر روی آیکون برنامه در صفحه desktop، باز کرده و از بین فایل های موجود، فایل اندازه گیری محتوای آب نمونه به شیوه خودکار (ETA-855) را انتخاب کرده و آن را اجرا کنید.

تنظیمات کنترل تیتراسیون (Titration control)

پارامترهای این قسمت باتوجه به شکل در فایل های ارائه شده در نرم افزار، تنظیم شده است و نیازی به تغییر آن پارامترها از جانب کاربر نیست (شکل 33).

Titration control

Measurement type

Karl fischer

Applied current

15

μA

Determination type

Content determination

Titration mode

End Point (EP)

Analysis execution type

Single analysis

Stirrer control

Direction

Counter Clock Wise (CCW)

Speed

600

rpm

شکل 33

دریفت (Drift control)

مقدار دریفت با توجه به آخرین آنالیز standby drift انجامش شده توسط کاربر به صورت خودکار توسط نرم افزار در این قسمت قرار می گیرد (شکل 34).

Drift control

Drift mode

Last standby drift ▼

Drift

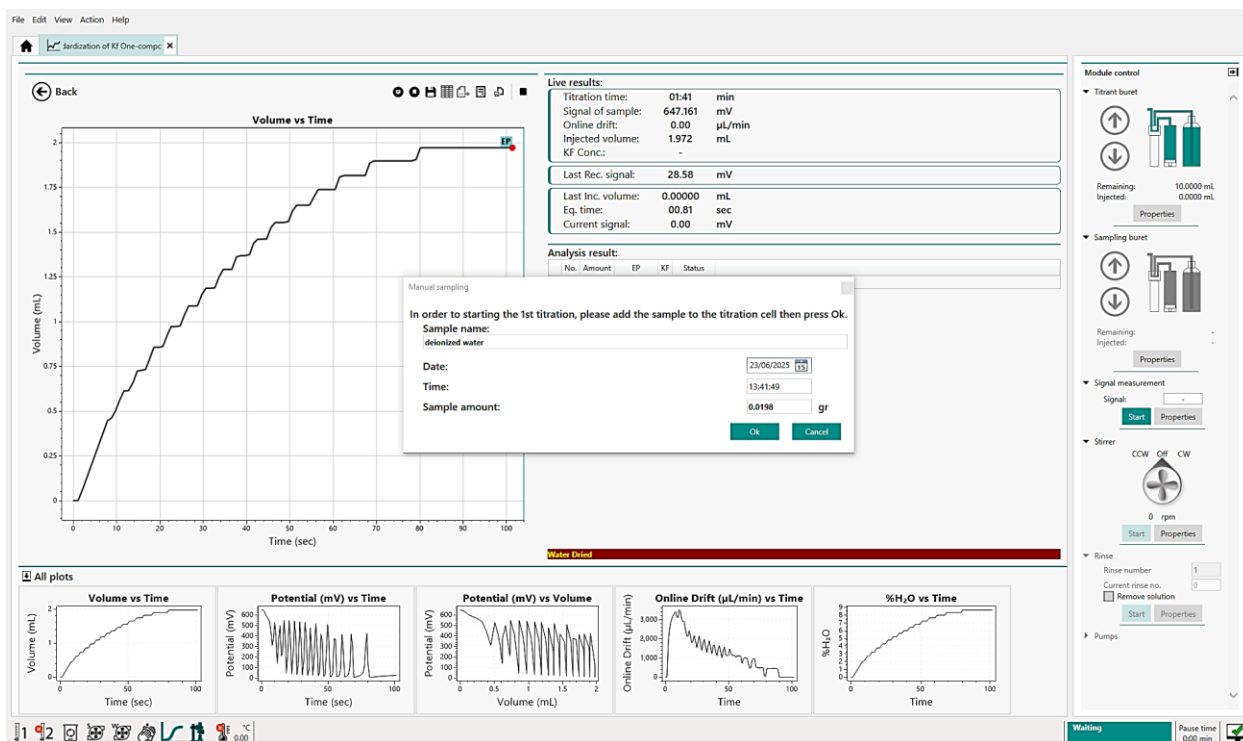
4.88793

μL/min

شکل 34

اطلاعات نمونه (Sample data)

بعد از مرحله پیش تیتراسیون و خشک کردن حلال توسط دستگاه پیامی نشان داده می شود و از شما خواسته می شود تا مقدار گرم نمونه وزن شده را وارد کنید (شکل 35).

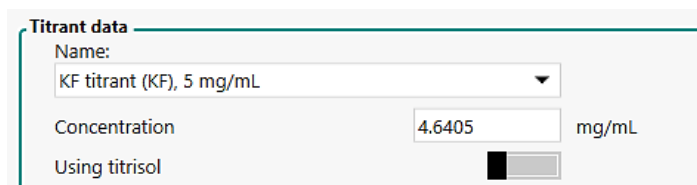


شکل 35

اطلاعات تیترانت (Titrant data)

غلظتی که در این قسمت به کاربر ارائه می‌شود، همان غلظتی است که در قسمت Setting نرم‌افزار، وجود دارد؛ بنابراین برای مشخص شدن غلظت و تغییر آن، نیاز است کاربر به قسمت setting مراجعه کرده و غلظت تیترانت ساخته شده (بعد از ساخت محلول بر روی بطری نوشته است) را در قسمت مربوطه وارد کند و یا اینکه آزمون استانداردسازی (ETA-853) را انجام دهد. لازم به ذکر است که در صورت تمایل کاربر می‌تواند در همین قسمت (تنظیمات اطلاعات تیترانت) نیز، به صورت دستی غلظت تیترانت را تغییر دهد. طبیعتاً غلظت وارد شده در این قسمت مبنای محاسبه غلظت خواهد بود. در صورتی که نیاز به تعیین غلظت دقیق محلول تیترانت باشد نیاز است که یک بار آزمایش استانداردسازی این محلول که در این برنامه با شماره ETA-853 است، انجام گیرد و غلظت دقیق تیترانت اندازه‌گیری شود که در این صورت غلظت به صورت خودکار در قسمت Setting ظاهر می‌شود. لازم به تأکید است که الزاماً غلظت یک تیترانت را می‌بایست در قسمت setting وارد کرد تا اینکه نیاز نباشد در هر آنالیز غلظت را دوباره وارد کرد. نرم‌افزار دستگاه به گونه‌ای تنظیم شده است که در هنگام باز کردن صفحه، دائماً غلظت از قسمت setting مقدار غلظت تیترانت را خوانده و مبنای محاسبات قرار دهد.

در صورتی که کاربر تمایل داشته باشد که از یک تیترازول استفاده کند، با زدن کلید مربوط به Using titrisol، غلظت تعریف شده در انتخاب‌گر تیترانت، در قسمت Concentration قرار خواهد گرفت (شکل 36)

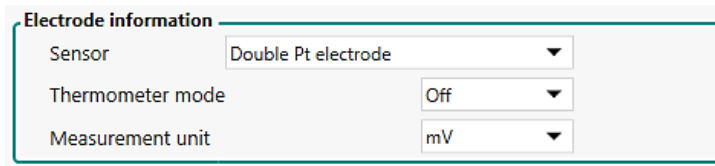


Titrant data	
Name:	KF titrant (KF), 5 mg/mL
Concentration	4.6405 mg/mL
Using titrisol	☒

شکل 36

اطلاعات الکترود Electrode Information

در این قسمت، الکترود و واحد اندازه‌گیری سیگنال انتخاب می‌شود. تنظیمات این قسمت در فایل‌ها به صورت پیش فرض قرار گرفته است و لازم به تغییر آن از طرف کاربر نیست. (شکل 37)

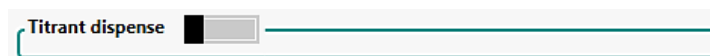


Electrode information	
Sensor	Double Pt electrode
Thermometer mode	Off
Measurement unit	mV

شکل 37

اطلاعات تزریق اولیه تیترانت Titrant dispense

در این آزمون احتیاج به تزریق اولیه تیترانت نیست؛ بنابراین کلید فعال‌سازی آن در حالت خاموش (disable) است (شکل 38).



شکل 38

تزریق تیترانت Titrant addition

در این قسمت روش تزریق تیترانت توسط دستگاه را مشاهده می‌کنید. در این روش تزریق تیترانت به صورت پیوسته با سرعت‌های تعریف شده در طی آنالیز انجام می‌شود. این قسمت به صورت پیش‌فرض در آنالیزها تعریف شده است و نیازی به تغییر توسط کاربر نیست (شکل 39).

Titrant addition		
Mode	Continuous ▼	
Speed(min)	0.04	mL/min
Speed(max)	1.5	mL/min
ΔV (min)	0.01	mL

شکل 39

اطلاعات تشخیص (Recognition)

پارامترهای وارد شده در این قسمت تعیین‌کننده نقطه پایانی یا هم‌ارز در تیتراسیون است. تنظیمات این قسمت در فایل‌ها به صورت پیش‌فرض قرار گرفته است و لازم به تغییر آن از طرف کاربر نیست (شکل 40).

Recognition	
End Point (EP) recognition type	Based on delay time ▼
End point (EP) type	Absolute ▼
End Point (EP) value	100 mV
Tendency	Negative ▼
Control band	300 ☒ mV

شکل 40

اطلاعات پایان تیتراسیون (Termination)

پارامترهای مشخص‌کننده خاتمه تیتراسیون در این قسمت مشخص می‌گردد. در این آنالیز در قسمت At maximum volume مقدار 40 میلی‌لیتر را وارد شده است. البته این پارامتر با توجه به بیشترین احتمال برای مصرف تیترانت است و به آن معنی نیست که این مقدار مورد نیاز است. نیاز است که مقدار وزن نمونه به صورتی تنظیم شود که مقدار تیترانت مورد نیاز از مقدار 40 میلی‌لیتر تجاوز نکند. طبق زمان وارد شده در قسمت maximum time بر اساس ثانیه، آنالیز حداکثر تا زمان وارد شده ادامه پیدا می‌کند و بعد از آن متوقف می‌شود. همه پارامترهای این قسمت به صورت پیش‌فرض در فایل‌ها قرار گرفته‌اند و لازم به تغییر آن از طرف کاربر نیست. (شکل 41).

Termination		
Maximum time	<input type="text" value="1000"/>	sec
At maximum volume	<input type="text" value="40"/>	mL
End Point (EP) delay time	<input type="text" value="15"/>	sec

شکل 41

اطلاعات نمایش (Presentation)

در تنظیمات مستطیل Presentation واحد غلظت آنالیت جهت گزارش و همچنین نوع و تعداد نمودارهای آنالیز مشخص می‌شود (شکل 42).

Report

Presentation		
Units	%H ₂ O	<input type="text"/>
Plots and priorities	mg/mL	<input type="text"/>
	μL/min	<input type="text"/>

شکل 42

در تنظیمات مستطیل Report، محتویات مورد نظر کاربر در گزارش نهایی (با فرمت pdf) توسط کاربر مشخص می‌شود. هر گزارش محتوی یک سری زیرمجموعه‌ها است که بعضی از آن‌ها به‌صورت دائمی در فایل خروجی هستند و توسط کاربر قابل انتخاب نیستند و بعضی دیگر توسط کاربر و در قسمت Report توسط کلیدهایی انتخاب می‌شوند (شکل 43).

The screenshot shows a window titled "Report" with two main sections: "Report sections" and "Curves".

Report sections:

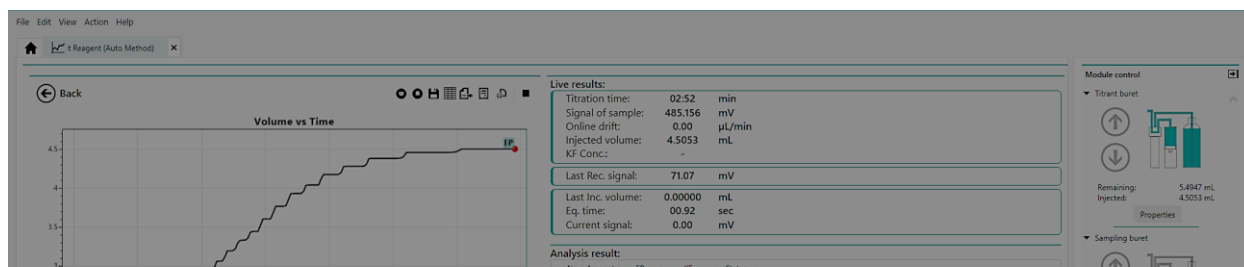
- Analysis result: ☒
- Statistical result: ☒
- Method parameters: ☒
- Table of data: ☒
- Comments: ☒

Curves:

- Potential vs Volume: ☐
- $\Delta E/\Delta V$ vs Volume: ☐
- Potential & $\Delta E/\Delta V$ Vs Volume: ☐
- $\log \Delta E/\Delta V$ vs Volume: ☐
- $\Delta^2 E/\Delta V^2$ vs Volume: ☐
- Potential vs Time: ☒
- Volume vs Time: ☐
- $\Delta E/\Delta V$ vs Time: ☐
- Online Drift ($\mu\text{L}/\text{min}$) vs Volume: ☐
- Online Drift ($\mu\text{L}/\text{min}$) vs Time: ☐
- H_2O Concentration vs Time: ☐

شکل 43

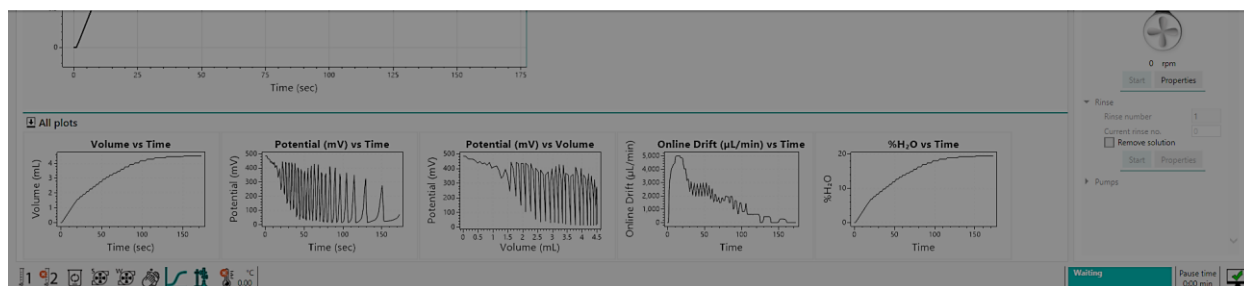
در پایان آنالیز پیامی ظاهر می‌شود و از شما خواسته می‌شود که سل آنالیز رو شسته و ok را انتخاب کنید (شکل 44).



Rinsing caution

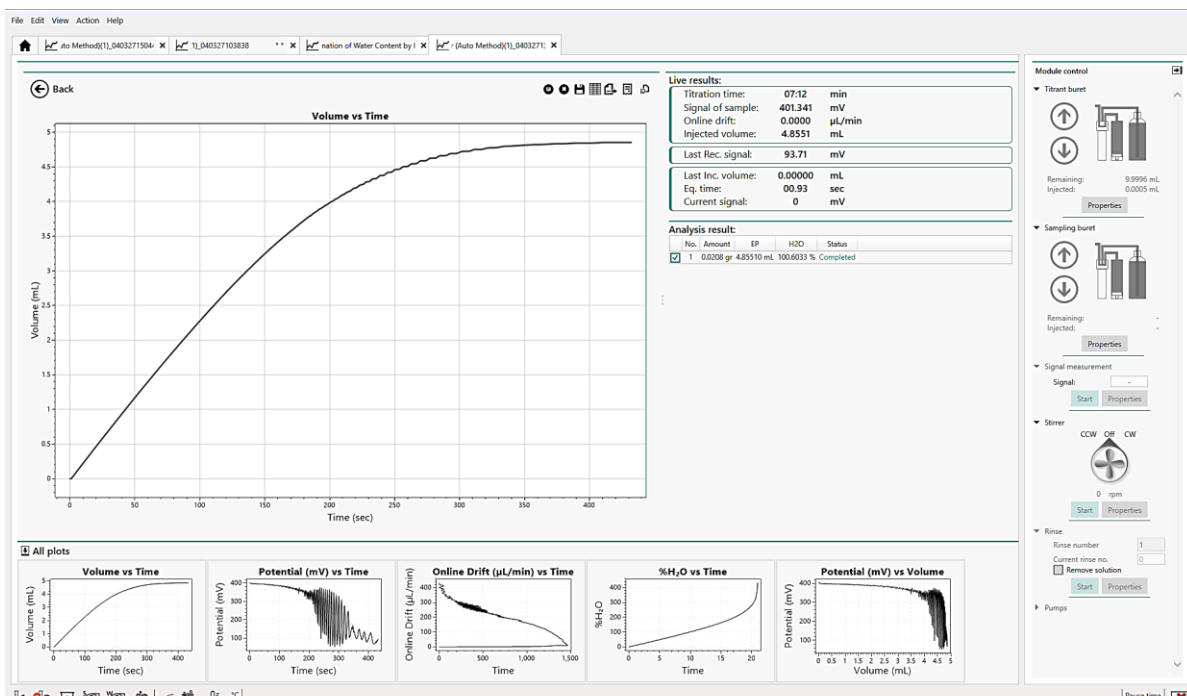
Please rinse the reaction cell manually and then press OK to continue the current analysis.

OK Cancel



شکل 44

نمونه ای از آنالیز اندازه گیری مقدار آب، در نمونه آب مقطر را در زیر مشاهده می کنید(شکل 45).



شکل 45

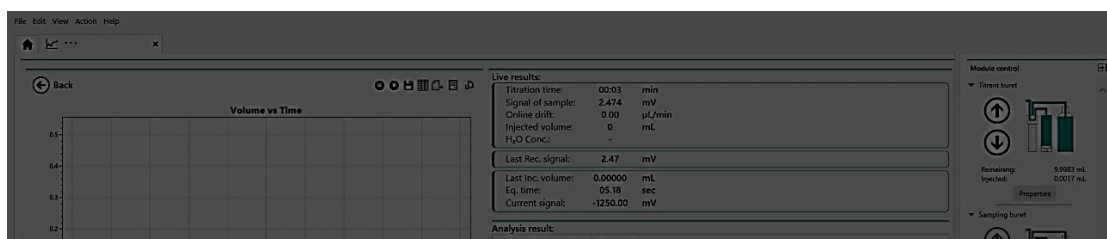
نکات مربوط به آنالیز:

1. اگر نتایج پشت سر هم به طور مداوم کاهش می یابد: ظرفیت انحلال حلال تمام شده آن را تعویض کنید.
2. اگر تکرار پذیری نتایج پایین بود: مقدار نمونه خیلی کم است یا نمونه همگن نیست. آماده سازی و افزودن دقیق نمونه مهم است.
3. اگر دریافت پس از تیتراسیون نمونه بالا باشد: یعنی نمونه به طور کامل حل نشده و در حال آزاد کردن آب است. زمان مخلوط شدن نمونه را افزایش دهید یا حلالی استفاده کنید که نمونه را کامل حل کند.
4. اگر در تعیین غلظت با سدیم تارتارات مقدار افزایش یافت: دی سدیم تارتارات حلالیت محدودی دارد در 40 سی سی متانول حداکثر 0.12 حل می شود. حلال را مرتباً تعویض کنید.
5. اگر تکرار پذیری پایین باشد:
 - بورت را چند بار prepare کنید. تا تمام حباب های هوا از بین بروند. این موضوع را به طور مکرر در طول روز بررسی کنید، به خصوص اگر از معرف KF یک جزئی استفاده می کنید. این محلول معرف حاوی دی اکسید گوگرد محلول است که ممکن است در اثر تغییرات دما تبخیر شود. این منجر به تشکیل حباب گاز در لوله ها می شود.
 - نمونه باید قبل از آنالیز همگن شود.
 - مولکولار سیو موجود در لوله خشک کن را تعویض کنید.
 - استفاده بیش از حد از حلال در سل تیتراسیون: حلال را پس از آزمایش 3 تا 4 نمونه تعویض کنید، زیرا اگر ظرفیت انحلال حلال تمام شود، دیگر آب به طور کامل از نمونه خارج نمی شود و این منجر به نتایج نادرست خواهد شد.
 - ممکن است ظرف تیتراسیون به طور کامل آب بند نباشد.
 - کثیف بودن پین های الکتروود دابل پلاتین: این امر بر پتانسیل نقطه پایانی اثر می گذارد. پین های پلاتینی حسگر را با دستمال کاغذی تمیز کنید یا در صورت لزوم، حسگر را با خیساندن در 50% HNO₃ به مدت ۱۰ دقیقه تمیز کنید، سپس کاملاً با آب دیونیزه آبکشی کنید تا تمام آثار اسید از بین برود و سپس با محلول ظرف یا متانول خشک آبکشی کنید.
 - افزایش مقدار نمونه: مقدار نمونه را افزایش دهید تا در صورت توزیع ناهمگن آب در نمونه نتایج بهتری بدست آورید.

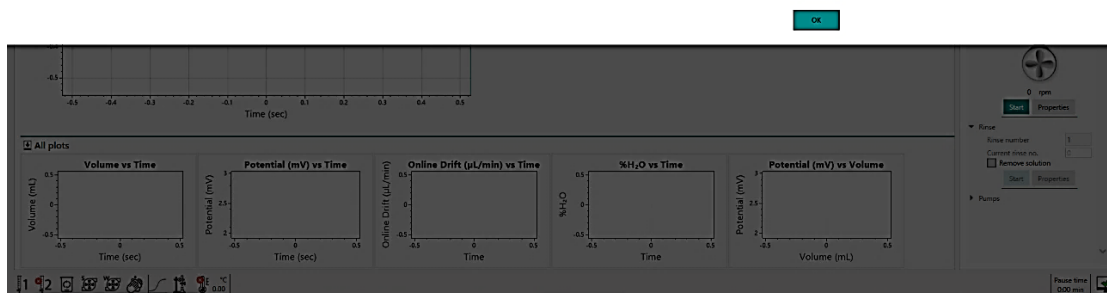
- نمونه برداری سریع و دقیق: نمونه های با محتوای آب بسیار کم رطوبت گیر هستند، بنابراین باید به سرعت وزن و اضافه شوند.
- 6. برای نمونه های آلدهید و کتون می توان از معرف KF بدون فرمالدئید برای آلدئیدها و کتون ها استفاده کرد که برای نمونه هایی که ممکن است واکنش های جانبی با متانول داشته باشند مناسب است.
- 7. نمونه های با محتوای پایین آب باید در شیشه های حاوی سپتوم باشند. زیرا جذب رطوبت هوا در طول نمونه برداری و افزودن نمونه اهمیت کمتری پیدا می کند.
- 8. برای نمونه های با محتوای کم آب مثل متانول، روغن های خوراکی، هگزان، تولوئن، بنزن و ... نمونه را در یک بطری با درپوش سپتوم نگهداری کنید تا از جذب رطوبت هوا جلوگیری شود. یک سرنگ 10 میلی لیتری را 2-3 بار با نمونه پر و خالی کنید. سپس نمونه را با سرنگ تزریق کنید. در مورد نمونه های ویسکوزیته می توانید از سرنگ بدون سوزن استفاده کنید.
- 9. اگر نمونه به طور کامل در محیط سل حل نشود، ممکن است اندازه نمونه انتخابی خیلی زیاد باشد و از ظرفیت انحلال محیط کار فراتر رود.
- 10. در موارد زیر، معرف باید تعویض شود:
 - هنگامی که ظرف تیتراسیون بیش از حد پر است.
 - هنگامی که ظرفیت معرف به پایان رسیده است .
 - اگر مخلوط دو فاز در ظرف تیتراسیون تشکیل شود.
 - اگر نمونه دیگر در حلال حل نشود.
- 11. اگر الکتروود کثیف یا آلوده شد می توان با متانول و دستمال آن را تمیز کرد و الکتروود را می توان به صورت خشک یا مستقیماً در سلول تیتراسیون غوطه ور در معرف کارل فیشر نگهداری کرد.
- 12. رنگ محلول متانول در سل تیتراسیون از بی رنگ تا نارنجی پر رنگ بسته به میزان ید موجود در تیترانت تغییر می کند و در آنالیز بعدی با ورود نمونه حاوی آب کم رنگ یا بی رنگ می شود. اگر رنگ آن از نارنجی فراتر رفت و پررنگ تر شد حتماً جهت آنالیز بعد حلال آنالیز را تعویض کنید. توجه داشته باشید که بعد از عمل کالیبره بورت ممکن است مقداری تیترانت وارد سل آنالیز شود که باید به وسیله پمپ آن را خارج کرده و حلال متانول جدید وارد سل کنید.
- 13. اگر غلظت تیترانت بدست آمده پایین تر از محدوده مورد انتظار بود حتماً برای اطمینان از غلظت بدست آمده، آنالیز مقدار آب نمونه را با استفاده از همان مقداری (20 میکرولیتر) که استانداردسازی را انجام داده

اید انجام دهید. در این آنالیز باید درصد آب را حدود 100 درصد بدست آورید. در این صورت می توانید مطمئن شوید که مقدار آب را جهت استانداردسازی درست برداشته اید.

14. در صورتی که محلول داخل سل تیره شده باشد: آنالیزی شروع نمی شود زیرا دستگاه بر اساس سیگنال شروع تشخیص می دهد که هیچ آبی در سل وجود ندارد و ظرفیت حلال تمام شده است (شکل 46). این حالت بیشتر در حالتی که بورت کالیبره شده است و محلول درون سل به رنگ تیترانت کارل فیشر درآمده باشد، اتفاق می افتد. پیام نشان داده شده حاکی از همین امر است. شکل 47 سل آنالیز را بعد از عمل کالیبراسیون بورت نشان می دهد. حلال داخل سل را تعویض کنید



Parameters error!
The parameters or device conditions are not suitable for this analysis.
Please change the titration or device conditions and perform titration again.



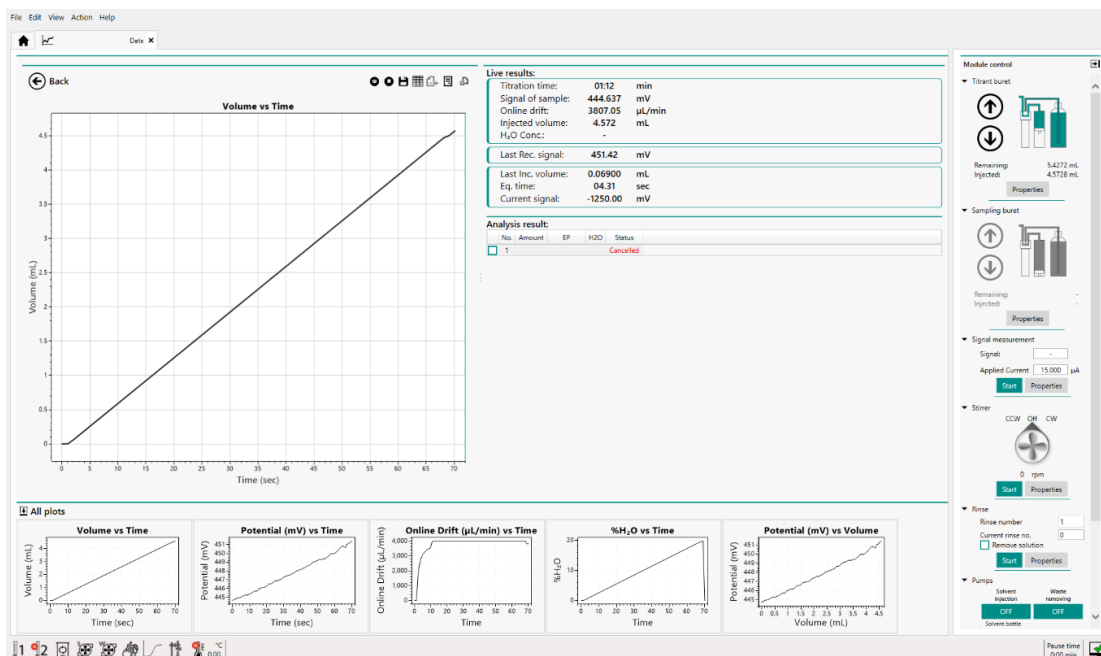
شکل 46



شکل 47

15. در آنالیز به جای کاهش پتانسیل حین آنالیز، پتانسیل افزایش یابد و نمودار پتانسیل به زمان صعودی شود: یعنی ظرفیت حلال به پایان رسیده است (شکل 48) و باید حلال اشباع شده را تعویض کرد (شکل 49).

16. اگر مقدار آب موجود در نمونه زیاد بود و نمونه زیاد برداشته شود: آنالیز به نتیجه نمی رسد باید مقدار



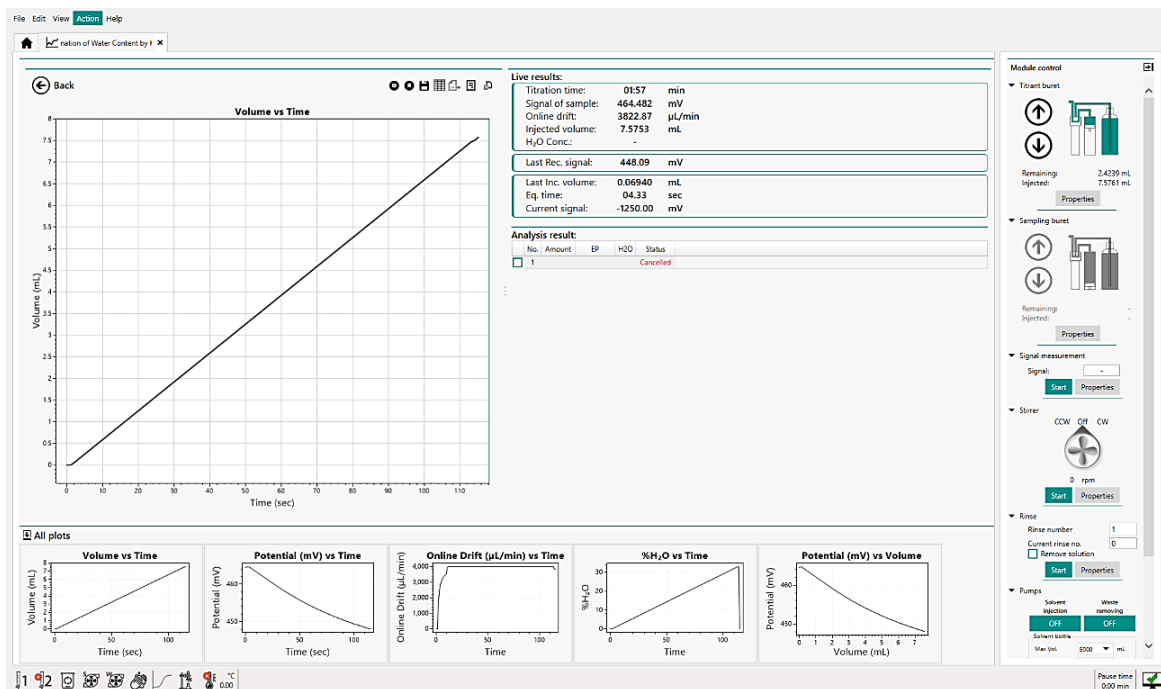
شکل 48



شکل 49

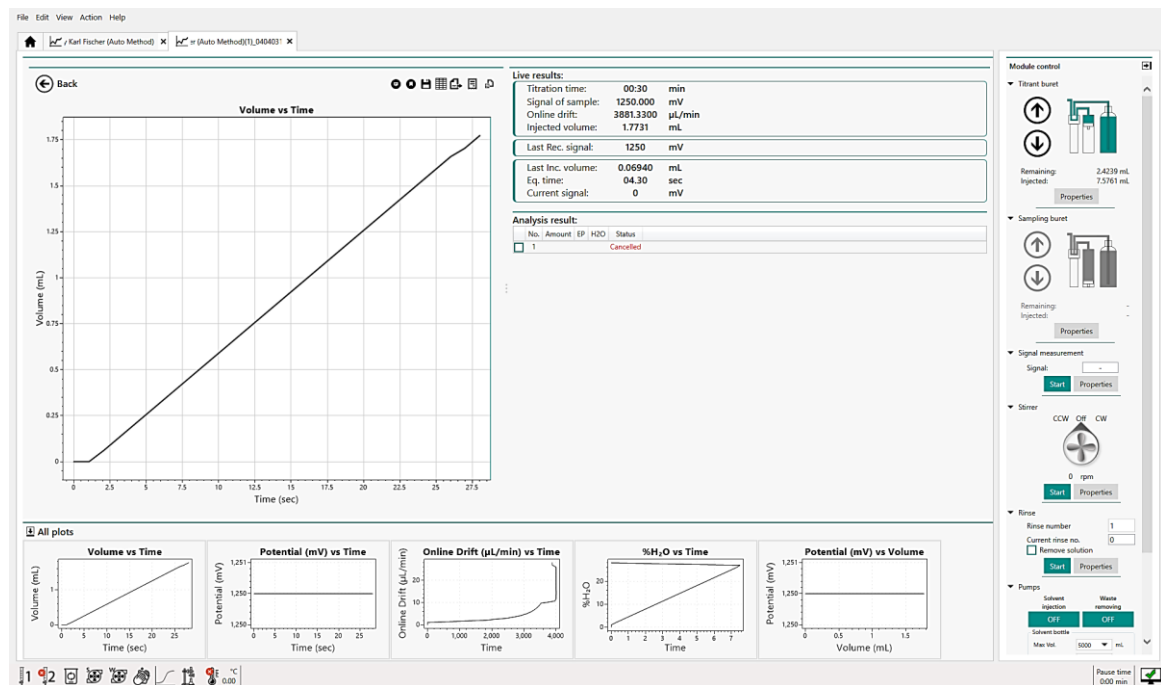
نمونه را کاهش داد. در صورتی که این صورت آنالیز با تمام شدن زمان آنالیز به نتیجه نمی رسد و سیگنال به زیر 100 میلی ولت نمیرسد:

تصویر زیر با مقدار زیاد نمونه به نتیجه نرسیده است (شکل 50).



شکل 50

17. در صورتی که الکترود به پشت دستگاه متصل نباشد با تصویر زیر روبرو می شوید (شکل 51).



شکل 51

18. هرچه توزیع آب در نمونه ناهمگن تر باشد، نمونه بزرگتری که باید گرفته شود.
19. نمونه برداری باید در سریع ترین زمان ممکن انجام شود و محتوای آب نمونه در حین حمل و نقل و نگهداری تغییر نکند.
20. غلظت تیترانت ممکن است به دلایل زیر تغییر کند:
- تیترانت از نظر شیمیایی پایدار نیست.
 - تیترانت ممکن است رطوبت را از اتمسفر جذب کند و غلظت آن را کاهش دهد (متانول بی آب موجود در تیترانت بسیار جاذب آب است).
 - اگر ماده خشک کننده روی بطری تیترانت "ظرفیتش پر شده باشد".
 - اگر بطری تیترانت محکم بسته نشده باشد.
- هر چند وقت یکبار غلظت باید تعیین شود؟
- توصیه می کنیم غلظت تیترانت را روزانه تعیین کنید.
21. به طور کلی، الکتروود نیازی به تمیز کردن ندارد. پس از چند تیتراسیون اول، یک لایه بر روی سطح پلاتین تشکیل می شود. این منجر به پرش بالقوه بالاتر می شود. بنابراین لایه را نباید با تمیز کردن جدا کرد. در صورتی که نمونه ای روی الکتروود رسوب کرد پین الکتروود را با دستمال کاغذی تمیز کنید.
22. معرف های ویژه برای آلدئیدها و کتون ها
- آلدئیدها ($R-CHO$) و کتونها ($R-CO-R$) در صورت تیتراسیون استاندارد، استال ها و کتال ها را تشکیل می دهند. معرف های حاوی متانول در نتیجه، آب اضافی تولید می کنند، که منجر به نشان دادن محتوای آب بالاتر می شود. تیترانت حاوی ید، ایمیدازول، دی اکسید گوگرد و 2 متوکسی اتانول است، در حالی که حلال حاوی 2-کلرواتانول و تری کلرومتان است. تیتراسیون کمی بیشتر از معرف استاندارد KF طول می کشد. توجه داشته باشید که ممکن است لازم باشد که مقدار نقطه پایانی در روش تیتراسیون با این معرف ها تطبیق داده شود. این معرف ویژه برای موادی که با متانول واکنش می دهند مانند آمین ها نیز مناسب است.
23. حلال های آلی که بیشتر مورد استفاده قرار می گیرند عبارتند از:
- متانول برای جامدات آلی نامحلول
 - دکانول / اکتانول برای محصولات چرب و لبنی (کره، شیر کره، چربی خوراکی)
 - فرامید برای مواد طبیعی (بادام، فلفل، کاری) برای محصولات کم آب، برای شکر (کل آب)، شکر و محصولات نشاسته ای

- کلروفرم برای شکر (آب سطحی)

اگر دریافت بالاتر یا پایین تر از حد معمول بود باید سل تیتراسیون را تمیز کرد و حلال جدید اضافه کرد.

چه مدت میتوان الکتروود را در محلول کارل فیشر در سل نگه داشت؟

الکتروود کارل فیشر از شیشه و پلاتین ساخته شده است. بنابراین محلول کارل فیشر هیچ اثری بر الکتروود ندارد و میتوان برای مدت طولانی در محلول نگهداری کرد.

آیا pH در تیتراسیون KF مهم است؟

واکنش کارل فیشر به سرعت و به صورت استوکیومتری در محدوده pH ایده آل 5 تا 7.5 انجام می شود. در مقادیر pH بالاتر، یک واکنش جانبی رخ می دهد که ید را مصرف می کند. در شرایط اسیدی قوی تر، ثابت واکنش واکنش KF کاهش می یابد. حتی خود واکنش KF اسیدهای تولید می کند که باید خنثی شوند. معرف های کارل فیشر حاوی مقادیر اضافی از مشتقات ایمیدازول به عنوان باز هستند تا این اسیدها را خنثی کرده و سیستم تیتراسیون را بافر کنند. بنابراین pH در حدود مقدار ایده آل 5-6 تثبیت می شود. تعادل pH تیتراسیون ممکن است توسط مقادیر زیادی از اسیدها یا بازهای قوی که به عنوان نمونه وارد می شوند، آسیب ببینند. این مواد باید با افزودن یک باز یا اسید ضعیف مناسب (ایمیدازول، اسید سالیسیلیک، اسید بنزوئیک) یا محلول بافر به محیط کار خنثی شوند.