

Coulomètre Karl Fischer compact C30S Mettler Toledo

Référence: Coulomètre Karl Fischer compact C30S Mettler Toledo

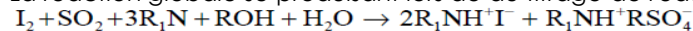
Principe

Le titrage Karl Fischer est une méthode standard visant à déterminer la teneur en eau.

Le principe du dosage de l'eau par la méthode de Karl Fisher repose sur un dosage iodométrique.

En effet, le réactif de Karl Fisher contient communément de l'iode qui constitue le facteur limitant, un excès de dioxyde de soufre, d'imidazole (qui a remplacé la pyridine) et de méthanol.

La réaction globale se produisant lors de du titrage de l'eau par la méthode de Karl Fischer est la suivante :



Le récipient dans lequel s'effectue le dosage est clos et isolé de l'atmosphère par un tube contenant un desséchant.

La détection du point équivalent est réalisée par une méthode coulométrique, beaucoup plus sensible qu'une méthode électrique consistant à déceler une brusque variation de l'intensité électrique qui passe entre les deux électrodes de platine plongeant dans le milieu réactionnel. Pour le dosage coulométrique, l'iode nécessaire au dosage est généré par voie électrochimique à l'aide d'impulsions électriques appliquées aux électrodes : Le réactif de Karl Fisher modifié, contient alors un iodure à la place de l'iode. On introduit dans une cellule compartimentée (cellule à électrolyse munie d'un diaphragme entre les compartiments anodique et cathodique) une solution d'iodure au contact de l'anode. Le volume équivalent correspond donc à une quantité de courant obtenue avec un coulomètre.

A l'anode, l'ion iodure s'oxyde en iode : $2I^- \rightarrow I_2 + 2e^-$, une mole d'eau nécessitant deux faradays, ou encore 1 mg d'eau équivalant à 11,72 coulombs.

Objectif

- Dosage de l'eau dans le complexe extrait par la méthode de Karl Fisher. (Voir thèse précédemment citée)
- Détermination de la quantité d'eau co-extraite par la méthode de Karl Fisher. (Voir la thèse intitulée : « Chimie et génie d'un procédé de désintoxication médicamenteuse par émulsion : application au cas de la Nivaquine®. » rédigée au LGPM par Mme Michèle Grosber-Manon)
- Détermination et suivi du gonflement des émulsions. (thèse Michèle Grosber-Manon)

Une courbe d'étalonnage donnant la variation de la masse d'eau mesurée par la méthode de Karl Fisher en fonction de la masse d'eau pesée est réalisée préalablement à toute mesure. Cette courbe d'étalonnage établie à l'aide de masses différentes de solutions d'étalonnage contenant 0,1 µg d'eau dans 1 mg de solution permet de remonter à la quantité d'eau contenu dans l'échantillon analysé.

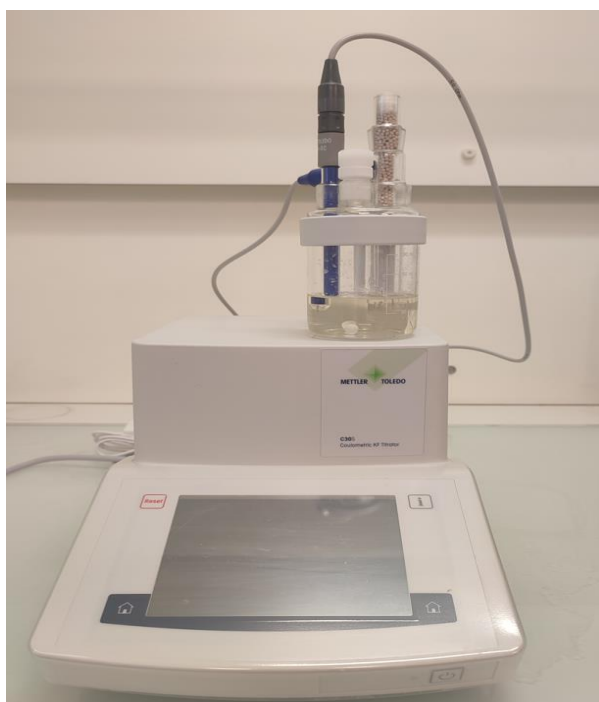
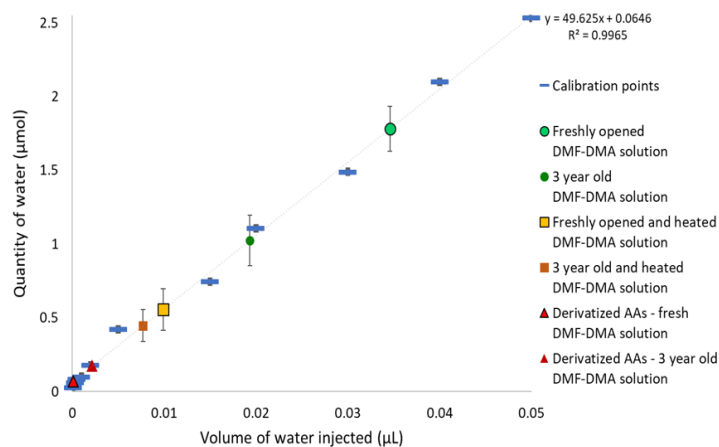


Figure 1. Coulomètre Karl Fischer compact C30S Mettler Toledo

Détermination de la concentration en eau dans un reactif de fonctionnalisation chimique dédié à la mission NASA Dragonfly

Détermination de la concentration en eau dans le diméthylformamide diméthyl acétal (DMF-DMA). On a ainsi prouvé que l'agent de fonctionnalisation DMF-DMA était peu sensible à la présence d'eau.



D. Boulesteix et al. J. of Chrom. A, accepted, 2024