

Nachweis von Wasser wird einfach

- Chemikalienfreie Wasserbestimmung dank easyH₂O[®] one -

Dr. Kerstin Dreblow¹, Wolfgang Steinbrecher²

1. Berghof Products + Instruments GmbH, 2. Berghof Analytik + Umweltengineering GmbH & Co. KG

Die Bestimmung des Wassergehaltes ist in vielen industriellen Bereichen eine wichtige Kenngröße zur Beurteilung der Qualität von Ausgangsstoffen und Endprodukten. Das easyH₂O[®] von Berghof stellt eine Alternativmethode zur Wasserbestimmung dar, wobei auf toxische oder spezielle Chemikalien, wie beispielsweise bei der Karl Fischer Titration, verzichtet wird.



Abb. 1: easyH₂O[®]

Wasser stellt für die Geschichte der Erde wohl den bedeutendsten Stoff dar aus dem sich Leben entwickeln konnte. Es ist für uns von existenzieller Bedeutung und im täglichen Bedarf in den verschiedensten Formen anzutreffen. Dennoch ist die Anwesenheit von Wasser in vielen industriellen Bereichen auch ein Problem. Wasser beeinflusst die physikalischen und chemischen Eigenschaften von Substanzen und somit deren Qualität oder Lebensdauer.

Beispielsweise bestimmt der Wassergehalt in Lebensmitteln nicht nur deren Haltbarkeit sondern auch deren Verarbeitbarkeit und Textur. Ebenso werden in der pharmazeutischen Industrie hohe Anforderungen an Ausgangsstoffe und Endprodukte gestellt. Dazu zählt auch der Wassergehalt, der die Qualität, Stabilität und letztendlich auch Wirksamkeit der Komponenten beeinflusst.

Die Wasserbestimmung zählt zu einer der meist angewendeten Methoden in Laboratorien. Neben der Wirtschaftlichkeit, sind Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse, die Hauptvoraussetzungen die das Verfahren mit sich bringen muss. Zu den wichtigsten Methoden gehört neben der Titrationsmethode (z.B. Karl Fischer Titration) auch die Trocknungsmethode (z.B. Trockenofen, IR-Lampen).

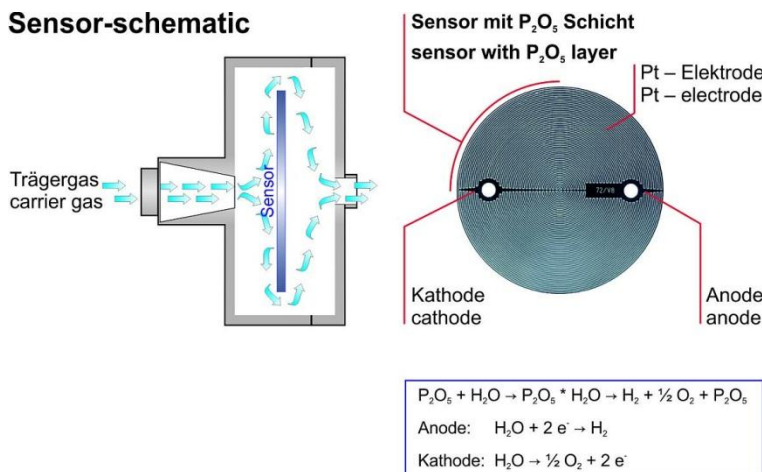
Grundlage der Titrationsmethode bildet die Reaktion von Iod und Schwefeldioxid in Gegenwart von Wasser. Die quantitative Bestimmung des Wassers erfolgt entweder über eine volumetrische Endpunkttitration oder über eine coulometrische Detektion des Stromflusses zwischen zwei Elektroden. Bei der praktischen Durchführung ist dabei die limitierte Stabilität der Reagenzien durch Aufnahme von Umgebungsfeuchte ebenso nachteilig wie die hohen Kosten und die Toxizität der eingesetzten Reagenzien.

Im Gegensatz dazu beruhen Trocknungsmethoden auf der Bestimmung des Trocknungsverlustes. Neben dem Wassergehalt werden dabei auch Zersetzungsprodukte und flüchtige Bestandteile erfasst.

Eine umweltfreundliche Alternative, die auf jegliche toxische Reagenzien verzichtet, bildet die selektive Wasserbestimmung auf Basis von hygroskopischem Phosphorpentoxid. Ursprünglich für die Messung von Spurenfeuchte in Gasen (DIN 50450-1, ASTM D 5454, ISO 11541:1997) entwickelt, stellt es auch ein nützliches Instrumentarium für die Wasserbestimmung dar.

Selektiver thermo-coloumetrischer Nachweis von Wasser

Sensor-schematic



Das Berghof easyH₂O[®] kombiniert die thermische Verdampfung von Wasser mit einem selektiven, elektrochemischen Wassersensor aus hygroskopischem Phosphorpentoxid (P₂O₅). Das Wasser wird in einem programmierbaren Ofen aus der Probe verdampft und mit einem Trägergasstrom dem Sensor zugeführt. Dabei werden die transportierten Wassermoleküle vollständig vom hygroskopischen P₂O₅ absorbiert. Mittels Elektrolyse wird das Wasser in Wasserstoff (H₂)

Abb. 2: Eine hygroskopische Phosphorpentoxidschicht bindet das im Trägergas transportierte Wasser. Die für die Elektrolyse des Wassers benötigte elektrische Ladungsmenge ist proportional zur Wassermenge und wird bestimmt.

und Sauerstoff (O₂) zerlegt und anschließend über den Trägergasstrom aus dem System entfernt (siehe Abb. 2). Die Wassermenge ist der für die Elektrolyse benötigten elektrischen Ladungsmenge proportional und kann mit Hilfe des Faradayschen Gesetzes bestimmt werden. Bei der Messung handelt es sich somit um eine Absolutmessung, die ohne Kalibrierung mit einer

Referenzsubstanz betrieben werden kann. Ein weiterer Vorteil: der Sensor regeneriert sich selber, indem die P_2O_5 -Schicht jeweils wieder zurück gebildet wird. Das Gerät bleibt jederzeit betriebsbereit. Alle messtechnischen Abläufe, Berechnungen und Auswertungen werden selbstständig durchgeführt und liefern am Ende der Messung eine quantitative und grafische Darstellung des Wassergehaltes der Probensubstanz. Alle Daten und Temperaturprogramme werden ISO- und GLP konform gespeichert, protokolliert und können nachfolgend ausgedruckt werden.

Als Trägergas wird Umgebungsluft angesaugt und getrocknet wodurch auf spezielle Chemikalien verzichtet werden kann. Um eventuelle Zersetzungsreaktionen mit Luftsauerstoff zu unterbinden, kann alternativ Stickstoff oder Argon als Trägergas verwendet werden. Der gesamte Prozess läuft automatisch, softwarekontrolliert ab.

Wasserbestimmung im Spurenbereich

Das easyH₂O[®] zeichnet sich durch eine hohe Nachweisstärke aus. Proben mit einem Wassergehalt von wenigen ppm bis hin zu 5 mg können bestimmt werden. Der hochsensitive P_2O_5 -Sensor ermöglicht somit die Bestimmung von Materialwasser mit wenigen Milligramm Probeneinwaage. Neben Entwicklungslaboren, die aufgrund des Syntheseumsatzes nur geringe Probenmengen verwenden können, profitieren auch Labore, die teure Rohstoffe bei der Wareneingangskontrolle untersuchen.

Differenzierung der Bindungsformen von Wasser

Typischerweise differenziert man zwischen verschiedenen Formen von gebundenem Wasser. Dabei bedingen die unterschiedlichen Kräfte, die zur Bindung des Wassers an die Probensubstanz führen, wie z.B. van der Waals Kräfte, Wasserstoffbrückenbindung, Dipol- und auch elektrostatische Wechselwirkungskräfte auch unterschiedliche thermische Energien, die notwendig sind, um das Wasser aus einer Probe durch Erwärmen zu entfernen. Physikalisch gebundenes Wasser ist an der Oberfläche absorbiert und wird schon bei geringen Temperaturen (<100°C) verdampft. Im Gegensatz dazu benötigt man für Kapillarwasser, und vor allem für die Freisetzung von chemisch gebundenem Kristallwasser, höhere Temperaturen. Das easyH₂O[®] kontrolliert die Verdampfung des Wassers über ein programmierbares Temperaturprofil. Dabei gestattet der Ofen Temperaturen bis zu 400°C. Die mitgelieferte Software ermöglicht die Quantifizierung der einzelnen Peaks, so dass der getrennte Nachweis einzelner Bindungsformen möglich ist (siehe Abb.3).

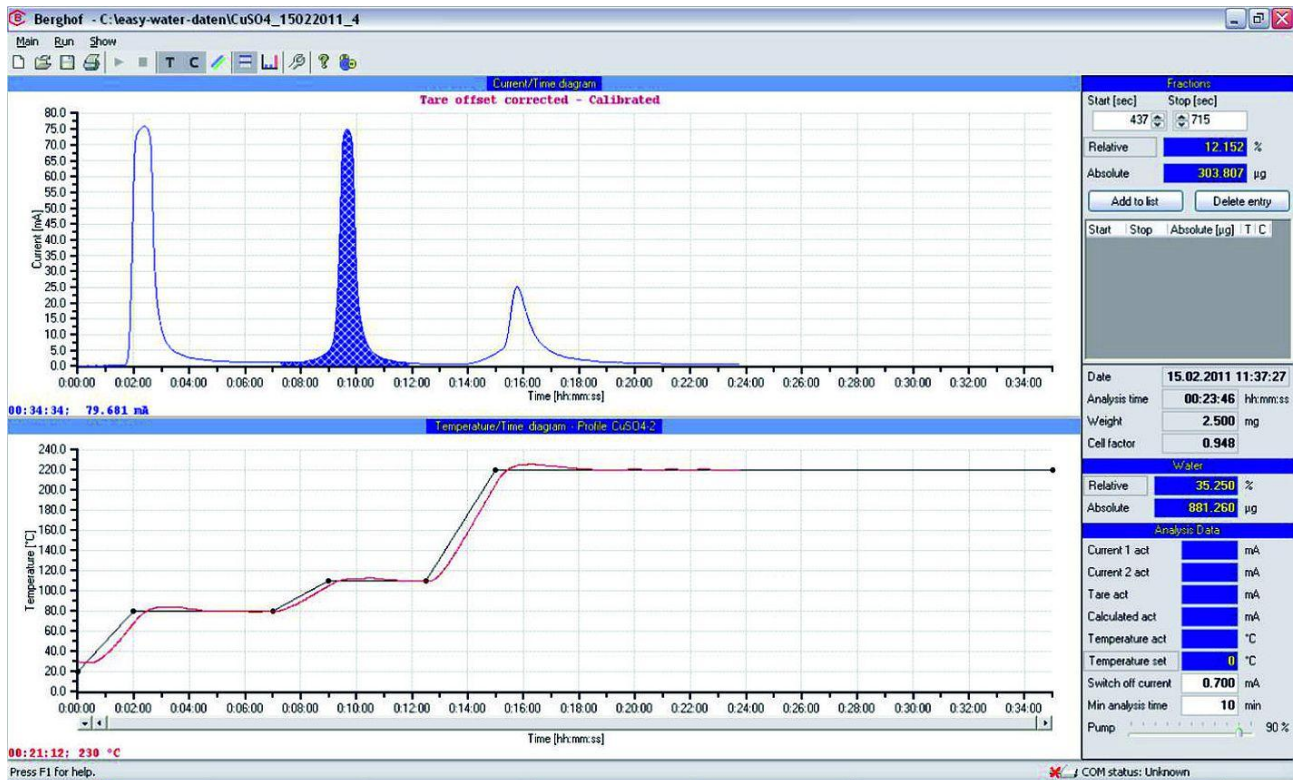


Abb. 3: Datenmesskurve der Wassergehaltsbestimmung in Kupfer(II)-sulfat Pentahydrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Über die Steuerung der Temperaturstufen lassen sich die verschiedenen Bindungsformen von Wasser (Oberflächenwasser, Kapillarwasser, Kristallwasser) unterscheiden. Der quantitative Nachweis erfolgt softwaregesteuert.

Flexibilität in der Probenwahl

Das Berghof easyH₂O[®] ist für eine große Anzahl verschiedenster Proben geeignet, die sequenziell analysiert werden können. Dabei ist der Austausch des Sensors nicht notwendig. Während der Messung verbleibt die Probe im Ofenraum und kommt nicht mit dem P₂O₅-Sensor in Kontakt. Dadurch können Querkontaminationen, die das Ergebnis verfälschen können, ausgeschlossen werden.

Anwendungsbeispiele

Der Wassergehalt von Substanzen spielt in den verschiedensten Branchen eine übergeordnete Rolle. Dabei sind Labore, für eine vor Ort Kontrolle von Rohmaterialien und Produkten, auf eine schnelle und zuverlässige Methode zur Wassergehaltsbestimmung angewiesen. Verzögerungen im Fertigungsprozess durch eine unzureichende Qualitätskontrolle bedeuten für den Hersteller hohe Kosten. Das Berghof easyH₂O[®] liefert schnelle, zuverlässige und reproduzierbare Ergebnisse und trägt somit zu einem effizienteren Produktionsablauf bei. Für den Betrieb

werden keine toxischen oder speziellen Chemikalien benötigt. Der Betreiber profitiert durch geringste Betriebs- und Entsorgungskosten.

Das Haupteinsatzgebiet des easyH₂O[®] sind alle Bereiche in denen Proben mit einem Wassergehalt von bis zu 5 mg analysiert werden (siehe Tabelle). In der Lebensmittelindustrie ist der Wassergehalt ein Maß für die Haltbarkeit von Nahrungsmitteln. Unsachgemäße Lagerung, unter anderem durch Feuchtigkeit, lassen Lebensmittel durch die Bildung von Schimmelpilzen und Bakterien schnell verderben. Somit ist die Wassergehaltsbestimmung ein entscheidendes Qualitätskriterium für das Inverkehrbringen von Nahrungsgütern. Ähnlich ist der Sachverhalt in der Kosmetikindustrie. Kosmetika bestehen häufig aus Emulsionen auf Wasserbasis. Dabei ist der Wassergehalt eine kritische Größe, die neben der Haltbarkeit der Produkte auch deren Homogenität bestimmt. Die Kontrolle des Wassergehaltes erfolgt hier sowohl im Rahmen der Qualitätskontrolle der Rohstoffe und Endprodukte als auch in den Entwicklungslaboren, die neue Rezepturen testen.

Darüber hinaus ist die Wassergehaltsbestimmung auch im Bereich der Materialkunde von Bedeutung. Spritzgießereien benötigen für einen reibungslosen Produktionsvorgang trockene Polymergranulate. Durch Transport oder nicht entsprechende Lagerung kann Umgebungsfeuchte aufgenommen werden. Im weiteren Verarbeitungsprozess kann es zu Schlierenbildung, Gaseinschlüssen oder sogar Polymerabbau kommen. Das Resultat ist neben einem veränderten Fließverhalten auch eine veränderte Viskosität. Das Endprodukt weist reduzierte mechanische Eigenschaften auf und kann nicht auf den Markt gebracht werden. Der wirtschaftliche Schaden durch solche Produktionsfehler ist immens. Die Wassergehaltsbestimmung ist somit ein wichtiger Punkt in der Prozesskontrolle.

Mit dem Berghof easyH₂O[®] ist ein umweltfreundliches und zuverlässiges Gerät erhältlich, das in den verschiedenen Prozessphasen schnell und kostengünstig Ergebnisse liefert.