



HYDRANAL[®]-E Typen

Reagenzien für die nicht toxische Karl-Fischer-Titration

Die Karl-Fischer-Titration ist eine bewährte Methode für die Wasserbestimmung in verschiedenen Substanzen wie Chemikalien, Ölen, Pharmazeutika oder Lebensmitteln. Die Bestimmung des Wassergehaltes ist wichtig für die Überwachung der Produktqualität und der chemischen und physikalischen Eigenschaften. HYDRANAL-E Typen erfüllen die Anforderungen von DIN EN ISO14001.

www.sigma-aldrich.com/hydranal

Ersatz von Methanol bei der Karl-Fischer-Titration

Im Laufe der letzten zwei Jahrzehnte wurden die gesetzlichen Auflagen zum Arbeits- und Umweltschutz erheblich verschärft. Gleichzeitig gewann dieses Thema auch in der öffentlichen Diskussion zunehmend an Bedeutung. Heute spielt die Entwicklung von Reagenzien ohne giftige Inhaltsstoffe eine zentrale Rolle bei Sigma-Aldrich. Ergebnis kontinuierlicher Weiterentwicklung war der Ersatz des toxischen Methanols, welches als Lösungsmittel in der Titrationszelle und auch als Lösungsmittel für verschiedene Karl-Fischer-Reagenzien angewendet wurde, durch nicht toxisches Ethanol. Obwohl beide Substanzen in enger chemischer Beziehung stehen, war es eine Herausforderung, den Ersatz des höheren homologen Ethanol zu realisieren. Die Herstellung von Karl-Fischer-Reagenzien auf Ethanolbasis gelang in der Vergangenheit aus zwei entscheidenden Gründen nicht. Zum einen ist die Reaktionsgeschwindigkeit der Karl-Fischer-Titration in reinem Ethanol sehr niedrig und gleichzeitig unterscheidet sich das elektrochemische Verhalten der beiden Alkohole. Ethanol hat eine geringere Leitfähigkeit. Das erste Problem konnte durch die Verwendung zusätzlicher „Reaktionsbeschleuniger“ gelöst werden, die keinen störenden Einfluss auf die Karl-Fischer-Titration zeigten. Die Additive erhöhen die Reaktionsgeschwindigkeit und ermöglichen im Vergleich zum Methanol eine schnellere Titration. Ferner konnte die Konduktivität des coulometrischen Reagenzes den Anforderungen dieser speziellen Methode angepasst werden. Diese Entwicklungen sind durch Patente geschützt. Die HYDRANAL-E Typen sind das Resultat kontinuierlicher Forschungsarbeit bei Sigma-Aldrich und bilden die weltweit erste Generation nicht toxischer Karl-Fischer-Reagenzien für die volumetrische und coulometrische Titration.

Methanol ist laut Chemikaliengesetz als giftig eingestuft. Giftige Chemikalien bedeuten nicht nur eine Gefährdung der Mitarbeiter, sondern unterliegen im Labor auch bestimmten Restriktionen. Um das Gefährdungspotential am Arbeitsplatz zu minimieren, haben wir Reagenzien entwickelt, die eine methanolfreie Karl-Fischer-Titration ermöglichen. Auf die ökologisch bedenklichen halogenierten Kohlenwasserstoffe wurde ebenfalls verzichtet. Als Lösungsmittel wird Ethanol verwendet.

34723 HYDRANAL-Titrant 2 E (Titer $2,00 \pm 0,02$ mg H₂O/mL),

34732 HYDRANAL-Titrant 5 E (Titer $2,00 \pm 0,02$ mg H₂O/mL),

34730 HYDRANAL-Solvent E

sind Zweikomponentenreagenzien auf Ethanolbasis. HYDRANAL-Titrant 2 E und HYDRANAL-Titrant 5 E enthalten Iod als reaktive Komponente, HYDRANAL-Solvent E die in allen HYDRANAL-Reagenzien bewährten Basen Imidazol und Diethanolamin sowie Schwefeldioxid.

HYDRANAL-Solvent E dient als Arbeitsmedium im Titriergefäß, HYDRANAL-Titrant 2 E oder HYDRANAL-Titrant 5 E ist das dazugehörige Titriermittel. Beide Reagenzien können auch mit anderen handelsüblichen Reagenzien kombiniert werden, z.B. HYDRANAL-Titrant 5 E mit 34800 HYDRANAL-Solvent oder HYDRANAL-Solvent E mit 34801 HYDRANAL-Titrant.

34734 HYDRANAL-CompoSolver E

ist ein Arbeitsmedium für das Einkomponentenreagenz HYDRANAL-Composite und enthält Ethanol als Lösungsmittel. Zusammen mit HYDRANAL-Composite ermöglicht der CompoSolver E methanolfreie Analysen auch mit einem Einkomponentenreagenz.

Titerbestimmung

Die Löslichkeit von Natriumtartrat Dihydrat in Ethanol ist sehr begrenzt, daher sind flüssige Standards zur Titerbestimmung zu bevorzugen. HYDRANAL-Water Standard 10,0 oder HYDRANAL-Eichstandard 5,00 können verwendet werden. Bei präziser Handhabung kann auch Wasser benutzt werden.

Vorteile

Neben dem Vorteil einer geringeren Toxizität bieten die Reagenzien eine verbesserte Löslichkeit für langkettige Kohlenwasserstoffe. So lösen sich z.B. nur 4 mL iso-Octan in einem methanolischen Solventen, jedoch 18 mL in HYDRANAL-Solvent E und mehr als 30 mL in HYDRANAL-CompoSolver E. Dadurch sind mehrere Bestimmungen in einer Vorlage möglich.

In HYDRANAL-CompoSolver E sind mit HYDRANAL-Composite auch viele Ketone titrierbar. Alkoholische Nebenreaktionen der Proben sind in Ethanol oft weniger stark ausgeprägt als in Methanol.

In den ethanolischen Reagenzien ist die Löslichkeit für viele Feststoffe geringer als in methanolischen Reagenzien. Es gibt viele, sehr spezielle Anwendungsbereiche für die Karl-Fischer-Titration, so dass Vorzüge oder Nachteile nicht in allen Fällen genannt werden können.

Aus einer Reihe von Substanzgruppen haben wir Proben analysiert und die Genauigkeit der Analyse durch Wiederfindungsraten ermittelt (siehe Tabelle nächste Seite).

Anwendungsbeispiele

Erfordern Proben Lösungsvermittler wie Formamid, Chloroform oder Xylol, können diese zugesetzt werden. Auch die Titration bei 50°C kann zur Löslichkeitsverbesserung durchgeführt werden. Sollen die ethanolischen Arbeitsmedien zur Unterdrückung einer Nebenreaktion abgekühlt werden, muss die Endpunktsindikation am KF-Titrator angepasst werden.

Grundsätzlich muss festgestellt werden, dass bei visueller Beurteilung des Endpunktes die Färbung im Vergleich zu methanolischen Reagenzien intensiver erscheint. Beeinflussen Proben den pH-Wert im Titriergefäß, können Säuren weiterhin mit HYDRANAL-Puffer Säure oder Imidazol, Basen mit HYDRANAL-Puffer Base, Benzoesäure oder Salicylsäure neutralisiert werden.

Produktinformationen

Zusätzlich zu diesem LabInfo stehen Ihnen eine Reihe weiterer Broschüren zu unseren HYDRANAL-Reagenzien, unser HYDRANAL-Praktikum sowie die neue HYDRANAL-Multimedia Guide CD zur Verfügung. Auf Anfrage senden wir Ihnen diese Informationen gern zu.

Artikel Nr.	Marke	Produkt	Packungsgröße
34723	Fluka	HYDRANAL-Titrant 2 E	1 L
34732	Fluka	HYDRANAL-Titrant 5 E	500 mL; 1 L; 2,5 L
34730	Fluka	HYDRANAL-Solvent E	500 mL; 1 L; 2,5 L
34734	Fluka	HYDRANAL-CompoSolver E	1 L; 2,5 L
34726	Fluka	HYDRANAL-Coulomat E	500 mL
34813	Fluka	HYDRANAL-Standard 5,00; Wassergehalt $5,00 \pm 0,02$ mg/mL (20°C) Wassergehalt $5,91 \pm 0,02$ mg/g	100 mL; 500 mL
34849	Fluka	HYDRANAL-Water Standard 10,0; Box enthält 10 Ampullen mit 8 mL Inhalt; Wassergehalt 10,00 mg/g, exakter Wassergehalt auf dem Analysenzertifikat ausgewiesen	80 mL

Applikationen für HYDRANAL E-Reagenzien

Es wurden je 30 mL HYDRANAL-Solvent E beziehungsweise HYDRANAL-CompoSolver E im Titrationsgefäß vorgelegt und mit HYDRANAL-Titrant 5 E oder HYDRANAL-Composite 5 titriert. Wir haben die Wiederfindungsrate von zugesetztem Wasser, die Titrationsgeschwindigkeit und die Kapazität des Arbeitsmediums überprüft. Üblicherweise wurde der Wassergehalt in insgesamt 20 mL bzw. 20 g Probe in Einzelportionen von 10 mL oder 10 g bestimmt. Sind kleinere Gesamtmengen angegeben, zeigt der beigestellte Buchstabe die Begründung. Der in unseren Proben gefundene Wassergehalt ist angegeben, stellt aber keinesfalls eine Grenze dar.

Ansprechpartner:

Fragen zur Wasserbestimmung nach Karl Fischer und zu den HYDRANAL-Reagenzien beantwortet Ihnen gern:

Helga Hoffmann

Technical Service HYDRANAL

Tel.: +49-5137/8238-353

Fax: +49-5137/8238-698

E-mail: helga.hoffmann@sial.com

www.sigma-aldrich.com/hydranal

Tabelle Beispiele von häufig vorkommenden Substanzklassen

Probe		Reagenz: Titrant 5 E / Solvent E	Reagenz: Composite 5 / CompoSolver E	Gefundener Wassergehalt
Kohlenwasserstoffe	<i>n</i> -Hexan	20 mL	20 mL	0,004%
	Toluol	20 mL	20 mL	0,020%
	Xylol	20 mL	20 mL	0,011%
	Dodecan	1 mL (L)*	15 mL (L)*	0,005%
	1-Tetradecen	20 mL	20 mL	0,005%
	<i>iso</i> -Octan	20 mL	20 mL	0,004%
	Cyclohexan	20 mL	20 mL	0,002%
	Dicyclopentadien	5 mL (T)*	20 mL	0,003%
	2,5-Norbornadien	20 mL	20 mL	0,013%
Halogenkohlenwasserstoffe	Dichlormethan	20 mL	20 mL	0,006%
	1-Chloroctan	20 mL	20 mL	0,016%
	4-Chlortoluol	20 mL	20 mL	0,007%
	1-Bromtetradecan	20 mL	20 mL	0,007%
Alkohole	1-Propanol	20 mL	20 mL	0,100%
	2-Propanol	20 mL	20 mL	0,000%
	1-Hexanol	20 mL	20 mL	0,020%
	1-Octanol	20 mL	20 mL	0,015%
Ketone	Aceton	nicht möglich	10 mL (N)*	0,230%
	Methyl- <i>iso</i> -butylketon	1 mL (N)*	20 mL	0,032%
	3-Octanon	1 mL (N)*	10 mL (N)*	0,450%
	Cyclohexanon	nicht möglich	2 mL (N)*	0,050%
	Acetophenon	2 mL (N)*	10 mL (N)*	0,019%
	Benzophenon	6 g (L)*	5 g (L)*	0,006%
	2-Pyrrolidon	5 mL (N)*	10 mL (N)*	0,091%
	N-Methylpyrrolidon	10 mL (N)*	10 mL (N)*	0,140%
Ether	1,4-Dioxan	20 mL	20 mL	0,052%
	Polyethylenglykol	10 mL (I)*	5 mL (I)*	0,130%
	Anisol	20 mL	20 mL	0,022%
	1,3,5-Trioxan	1 g (L)*	1 g (L)*	0,007%
Carbonsäuren	Essigsäure	20 mL	20 mL	0,026%
	Propionsäure	20 mL	20 mL	0,047%
	2-Ethylhexansäure	20 mL	20 mL	0,094%
	Malonsäure	10 g (L)*	10 g (I)*	0,150%
	Benzoessäure	10 g (L)*	10 g (L)*	0,004%
	Salicylsäure	10 g (L)*	8 g (L)*	0,004%
	Dichloressigsäure	4 mL (N)*	5 mL (N)*	0,019%
Amine	<i>n</i> -Propylamin	1 mL (S)*	2 mL (S)*	0,042%
	<i>n</i> -Butylamin	1 mL (S)*	2 mL (S)*	0,048%
	Diethanolamin	3 g (S)*	5 g (S)*	0,017%
	Triethanolamin	3 g (S)*	3 g (S)*	0,022%
	1,2-Diaminoethan	nicht möglich	nicht möglich	-
	Diethylentriamin	nicht möglich	nicht möglich	-
	Morpholin	2 g (S)*	2 g (S)*	0,011%
	Anilin	nicht möglich	2 mL (S)*	0,011%
	N-Methylanilin	5 mL (N)*	20 mL	0,050%
	Pyridin	10 mL	20 mL	0,013%
	Imidazol	10 g	20 g	0,040%

* I = Indikation, L = Löslichkeit, N = Nebenreaktion, S = zur Neutralisation der basischen Amine müssen 5-7 g Salicylsäure zugegeben werden, T = Trübung.

Argentina

SIGMA-ALDRICH DE ARGENTINA S.A.
Free Tel: 0810 888 7446
Tel: (+54) 11 4556 1472
Fax: (+54) 11 4552 1698

Australia

SIGMA-ALDRICH PTY LTD.
Free Tel: 1800 800 097
Free Fax: 1800 800 096
Tel: (+61) 2 9841 0555
Fax: (+61) 2 9841 0500

Austria

SIGMA-ALDRICH HANDELS GmbH
Tel: (+43) 1 605 81 10
Fax: (+43) 1 605 81 20

Belgium

SIGMA-ALDRICH NV/SA.
Free Tel: 0800 14747
Free Fax: 0800 14745
Tel: (+32) 3 899 13 01
Fax: (+32) 3 899 13 11

Brazil

SIGMA-ALDRICH BRASIL LTDA.
Free Tel: 0800 701 7425
Tel: (+55) 11 3732 3100
Fax: (+55) 11 5522 9895

Canada

SIGMA-ALDRICH CANADA LTD.
Free Tel: 1800 565 1400
Free Fax: 1800 265 3858
Tel: (+1) 905 829 9500
Fax: (+1) 905 829 9292

China

SIGMA-ALDRICH (SHANGHAI)
TRADING CO. LTD.
Free Tel: 800 819 3336
Tel: (+86) 21 6141 5566
Fax: (+86) 21 6141 5567

Czech Republic

SIGMA-ALDRICH spol. s r. o.
Tel: (+420) 246 003 200
Fax: (+420) 246 003 291

Denmark

SIGMA-ALDRICH DENMARK A/S
Tel: (+45) 43 56 59 10
Fax: (+45) 43 56 59 05

Finland

SIGMA-ALDRICH FINLAND OY
Tel: (+358) 9 350 9250
Fax: (+358) 9 350 92555

France

SIGMA-ALDRICH CHIMIE S.à.r.l.
Free Tel: 0800 211 408
Free Fax: 0800 031 052
Tel: (+33) 474 82 28 00
Fax: (+33) 474 95 68 08

Germany

SIGMA-ALDRICH CHEMIE GmbH
Free Tel: 0800 51 55 000
Free Fax: 0800 64 90 000
Tel: (+49) 89 6513 0
Fax: (+49) 89 6513 1160

Greece

SIGMA-ALDRICH (O.M.) LTD.
Tel: (+30) 210 994 8010
Fax: (+30) 210 994 3831

Hungary

SIGMA-ALDRICH Kft
Ingyenes zöld telefon: 06 80 355 355
Ingyenes zöld fax: 06 80 344 344
Tel: (+36) 1 235 9055
Fax: (+36) 1 235 9050

India

SIGMA-ALDRICH CHEMICALS
PRIVATE LIMITED
Telephone
Bangalore: (+91) 80 6621 9600
New Delhi: (+91) 11 4165 4255
Mumbai: (+91) 22 2570 2364
Hyderabad: (+91) 40 4015 5488
Fax
Bangalore: (+91) 80 6621 9650
New Delhi: (+91) 11 4165 4266
Mumbai: (+91) 22 2579 7589
Hyderabad: (+91) 40 4015 5466

Ireland

SIGMA-ALDRICH IRELAND LTD.
Free Tel: 1800 200 888
Free Fax: 1800 600 222
Tel: (+353) 1 404 1900
Fax: (+353) 1 404 1910

Israel

SIGMA-ALDRICH ISRAEL LTD.
Free Tel: 1 800 70 2222
Tel: (+972) 8 948 4100
Fax: (+972) 8 948 4200

Italy

SIGMA-ALDRICH S.r.l.
Numero Verde: 800 827018
Tel: (+39) 02 3341 7310
Fax: (+39) 02 3801 0737

Japan

SIGMA-ALDRICH JAPAN K.K.
Tel: (+81) 3 5796 7300
Fax: (+81) 3 5796 7315

Korea

SIGMA-ALDRICH KOREA
Free Tel: (+82) 80 023 7111
Free Fax: (+82) 80 023 8111
Tel: (+82) 31 329 9000
Fax: (+82) 31 329 9090

Malaysia

SIGMA-ALDRICH (M) SDN. BHD
Tel: (+60) 3 5635 3321
Fax: (+60) 3 5635 4116

Mexico

SIGMA-ALDRICH QUÍMICA, S.A. de C.V.
Free Tel: 01 800 007 5300
Free Fax: 01 800 712 9920
Tel: 52 722 276 1600
Fax: 52 722 276 1601

The Netherlands

SIGMA-ALDRICH CHEMIE BV
Free Tel: 0800 022 9088
Free Fax: 0800 022 9089
Tel: (+31) 78 620 5411
Fax: (+31) 78 620 5421

New Zealand

SIGMA-ALDRICH NEW ZEALAND LTD.
Free Tel: 0800 936 666
Free Fax: 0800 937 777
Tel: (+61) 2 9841 0555
Fax: (+61) 2 9841 0500

Norway

SIGMA-ALDRICH NORWAY AS
Tel: (+47) 23 17 60 60
Fax: (+47) 23 17 60 50

Poland

SIGMA-ALDRICH Sp. z o.o.
Tel: (+48) 61 829 01 00
Fax: (+48) 61 829 01 20

Portugal

SIGMA-ALDRICH QUÍMICA, S.A.
Free Tel: 800 202 180
Free Fax: 800 202 178
Tel: (+351) 21 924 2555
Fax: (+351) 21 924 2610

Russia

SIGMA-ALDRICH RUS, LLC
Tel: +7 (495) 621 6037
+7 (495) 621 5828
Fax: +7 (495) 621 5923

Singapore

SIGMA-ALDRICH PTE. LTD.
Tel: (+65) 6779 1200
Fax: (+65) 6779 1822

South Africa

SIGMA-ALDRICH
SOUTH AFRICA (PTY) LTD.
Free Tel: 0800 1100 75
Free Fax: 0800 1100 79
Tel: (+27) 11 979 1188
Fax: (+27) 11 979 1119

Spain

SIGMA-ALDRICH QUÍMICA, S.A.
Free Tel: 900 101 376
Free Fax: 900 102 028
Tel: (+34) 91 661 99 77
Fax: (+34) 91 661 96 42

Sweden

SIGMA-ALDRICH SWEDEN AB
Tel: (+46) 8 742 4200
Fax: (+46) 8 742 4243

Switzerland

SIGMA-ALDRICH CHEMIE GmbH
Free Tel: 0800 80 00 80
Free Fax: 0800 80 00 81
Tel: (+41) 81 755 2828
Fax: (+41) 81 755 2815

United Kingdom

SIGMA-ALDRICH COMPANY LTD.
Free Tel: 0800 717 181
Free Fax: 0800 378 785
Tel: (+44) 1747 833 000
Fax: (+44) 1747 833 313
SAFC (UK) Free Tel: 01202 712305

United States

SIGMA-ALDRICH
P.O. Box 14508
St. Louis, Missouri 63178
Toll-Free: 800 325 3010
Toll-Free Fax: 800 325 5052
Call Collect: (+1) 314 771 5750
Tel: (+1) 314 771 5765
Fax: (+1) 314 771 5757

Internet

sigma-aldrich.com

**World Headquarters**

3050 Spruce St., St. Louis, MO 63103
(314) 771-5765
sigma-aldrich.com

Order/Customer Service (800) 325-3010 • Fax (800) 325-5052

Technical Service (800) 325-5832 • sigma-aldrich.com/techservice

Development/Bulk Manufacturing Inquiries SAFC™ (800) 244-1173

©2007 Sigma-Aldrich Co. All rights reserved. SIGMA, SAFC, SAFC, SIGMA-ALDRICH, ALDRICH, FLUKA, and SUPELCO are trademarks belonging to Sigma-Aldrich Co. and its affiliate Sigma-Aldrich Biotechnology, L.P. Sigma brand products are sold through Sigma-Aldrich, Inc. Sigma-Aldrich, Inc. warrants that its products conform to the information contained in this and other Sigma-Aldrich publications. Purchaser must determine the suitability of the product(s) for their particular use. Additional terms and conditions may apply. Please see reverse side of the invoice or packing slip.