



HYDRANAL®-Composite

Verbessertes Einkomponentenreagenz für die volumetrische Karl-Fischer-Titration HYDRANAL®-Composite ist das weltweit am häufigsten eingesetzte pyridinfreie Karl Fischer-Reagenz. Seit über 20 Jahren hat sich dieses Einkomponentenreagenz für die volumetrische Titration bei einer Vielzahl von Applikationen in den verschiedensten Forschungs- und Industriebereichen bewährt. Durch intensive Entwicklungsarbeiten konnten wesentliche Verbesserungen bei diesem Reagenz erzielt werden.



Entwicklung der Reagenzien

Schwefeldioxid, Alkohol, Iod und Wasser reagieren bei der Karl Fischer-Reaktion in stöchiometrischen Verhältnissen miteinander. Um hierbei den optimalen pH-Bereich der Reaktionslösung einzuhalten, werden das Schwefeldioxid sowie die im Verlauf der Reaktion entstehende Säure mit einer geeigneten Base neutralisiert. Bislang wurde das bewährte Imidazol als Base verwendet. Das Entwicklungslabor von Sigma-Aldrich hat eine neue verbesserte Formulierung für **HYDRANAL®-Composite** erarbeitet, die auf einem Gemisch aus Imidazol und 2-Methylimidazol basiert. Die vorteilhafte Pufferwirkung des Imidazols bleibt so erhalten und hiermit auch der typische pH-Bereich während der Titration. Gleichzeitig wurden mit dieser Umstellung der Zusammensetzung wesentliche Verbesserungen des Produktes erzielt.

Erhöhung der Titerstabilität

Die neue Formulierung weist im Vergleich zur bislang verwendeten Zusammensetzung eine höhere Titerstabilität des Reagenzes auf. In Abbildung 1 sind die Ergebnisse der Untersuchung zum Titerabfall der **HYDRANAL®-Composite** Formulierungen auf der Basis von Imidazol (alte Formulierung) sowie der Mischung Imidazol / 2-Methylimidazol (neue Formulierung) dargestellt.

Reduzierung der Kristallisationseffekte

Die gelegentlich unter dem Einfluss von Luftfeuchtigkeit und auch nach längeren Standzeiten des Reagenzes im Schlauchsystem des KF-Titrators beobachteten Kristallisationseffekte werden mit der verbesserten Formulierung verhindert.

Überprüfung der Vergleichbarkeit

Mit beiden Formulierungen wurde eine Verfahrensvalidierung durchgeführt. Hierbei wurde festgestellt, dass die Reaktionsgeschwindigkeiten der beiden Formulierungen keine signifikanten Unterschiede aufweisen. Bei der Überprüfung weiterer wesentlicher Verfahrensparameter wie der Wiederfindungsrate und deren Standardabweichung wurden jeweils 10 Titrationen mit 34849 **HYDRANAL®-Water Standard 10.0** durchgeführt. Dieser Standard geprüft gegen den NIST Standard SRM 2890. Für beide Formulierungen konnte eine sehr hohe Genauigkeit ermittelt werden. Auch im Vergleich stimmen die Ergebnisse der beiden Reagenzien sehr gut überein, wie Tabelle 1 zu entnehmen ist.

Das **HYDRANAL®-Labor** hat für beide Formulierungen Vergleichsuntersuchungen mit Probenmaterialien aus den verschiedensten Anwendungsbereichen durchgeführt. Hierzu wurden Wasserbestimmungen in anorganischen Substanzen wie Säuren, in organischen Substanzen wie Benzin, Diesel, diversen Lösungsmitteln und Ketonen, in Zubereitungen wie technischen Konservierungstoffen und Bremsflüssigkeit, in Pharmazeutika, in Milchprodukten bis hin zu Süßwaren durchgeführt. Beide Formulierungen zeigten bei den Untersuchungen dieser sehr unterschiedlichen Substanzen ein übereinstimmendes Titrationsverhalten. Signifikante Abweichungen wurden bei den ermittelten Ergebnisse nicht festgestellt.

Toxikologische Untersuchungen

Unter GMP Bedingungen durchgeführte toxikologische Studien belegen, dass der Umgang mit beiden Formulierungen als unbedenklich für die Gesundheit des Beschäftigten einzustufen ist. Auf der Grundlage dieser Studien und der EU-Richtlinien zur Einstufung und Kennzeichnung müssen unsere **HYDRANAL®-Composite** Reagenzien nicht mit einem Gefahrensymbol gekennzeichnet werden.

Technische Unterstützung

Bei der Bearbeitung Ihres Probenmaterials unterstützen wir Sie gern mit unserem über 20-jährigen Erfahrungsschatz zur Karl Fischer-Titration. Wir arbeiten an der Lösung Ihrer analytischen Fragestellung und entwickeln bei Bedarf Ihre individuelle Analysenmethode. Gleichzeitig steht Ihnen unsere umfangreiche Applikationssammlung zur Verfügung, die dem **HYDRANAL®-Anwender** die tägliche Arbeit erleichtert.

Rufen Sie uns an! Fragen zur Wasserbestimmung nach Karl Fischer und zu den **HYDRANAL®-Reagenzien** beantworten wir Ihnen gern.

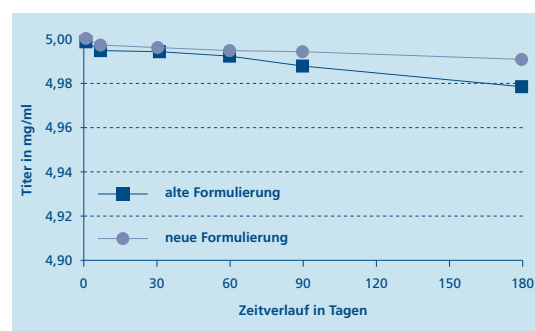


Abbildung 1 Ergebnisse der Untersuchungen zur Titerstabilität

Parameter	HYDRANAL®-Composite Formulierung	
	bisher	verbessert
Mittelwert in mg H ₂ O	10.04	10.03
Wiederfindungsrate in %	100.1	100.0
RSD in %	0.06	0.08

Tabelle 1 Ermittlung von Verfahrensparametern mit **HYDRANAL®-Water Standard 10.0** (n=10). Der effektive Wassergehalt des eingesetzten **HYDRANAL®-Water Standards 10.0** beträgt 10.03 mg/g.

Artikel No.	Produkt	Beschreibung	Packungsgröße
34827	HYDRANAL®-Composite 1	Einkomponentenreagenz, Titer: 1 mL ~ 1 mg Wasser	500 mL; 1 L
34806	HYDRANAL®-Composite 2	Einkomponentenreagenz, Titer: 1 mL ~ 2 mg Wasser	500 mL; 1 L; 2.5 L
34805	HYDRANAL®-Composite 5	Einkomponentenreagenz, Titer: 1 mL ~ 5 mg Wasser	500 mL; 1 L; 2.5 L
34816	HYDRANAL®-Composite 5K	Einkomponentenreagenz für die Titration von Aldehyden und Ketonen, Titer: 1 mL ~ 5 mg Wasser	500 mL; 1 L; 2.5 L

Ansprechpartner

Weitere Informationen erhalten Sie von:

Frau Helga Hoffmann, Technical Service **HYDRANAL®**

Tel.: +49 (0) 5137 8238-353, Fax: +49 (0) 5137 8238-698

E-Mail: helga.hoffmann@sial.com, Internet: www.sigma-aldrich.com

