



HYDRANAL®-Coulomat Oil

Ein neues Reagenz für die coulometrische Wasserbestimmung nach Karl Fischer in Ölen Öle finden in den verschiedensten Bereichen Anwendung. In der Praxis müssen Öle umfangreiche analytische Prüfungen durchlaufen, um steigenden Qualitätsanforderungen gerecht zu werden. Speziell die Bestimmung von geringen Wassergehalten bis hin zu Konzentrationen unterhalb 10 ppm stellt hierbei einen wichtigen Prüfparameter dar. Aus diesem Grund hat Sigma-Aldrich mit **HYDRANAL®-Coulomat Oil** ein Reagenz für die coulometrische Wasserbestimmung in Ölen entwickelt.



Für die Bestimmung von Wassergehalten im unteren ppm Bereich ist die Karl-Fischer-Coulometrie die Methode der Wahl. Neben einer hohen Genauigkeit zeichnet sich dieses Verfahren durch ein-fache Dosierung der flüssigen Proben mit Hilfe einer Spritze aus. Mit der Veröffentlichung der Methode ASTM D 4928 „Standard test methods for water in crude oils by coulometric KFT“ wurde die coulometrische Bestimmung von Wasser in Rohöl als anerkanntes Verfahren etabliert.

Einsatzgebiete

Für die Bestimmung von geringen Wassergehalten in Ölen können viele Anwendungsbeispiele genannt werden. In Transformatorenöl ist der Wassergehalt entscheidend für die Intervallzyklen des eingesetzten Öles und im Rahmen von Prozesskontrollen müssen auch Schmieröle regelmäßig untersucht werden. Bei kosmetischen Produkten ist der Wassergehalt ein ebenso wichtiger Parameter für die Haltbarkeit eines Produktes wie bei Speiseölen im Bereich der Lebensmittelindustrie. Auch auf die Höhe der Rohstoffkosten hat der Wassergehalt einen erheblichen Einfluss – insbesondere beim Handel mit Rohöl.

Entwicklung des Reagenzes

Für die Karl Fischer-Titration werden bevorzugt alkoholische Arbeitsmedien verwendet, in denen jedoch die unpolaren Inhaltsstoffe eines Öles aufgrund der Polaritätsunterschiede nicht löslich sind. Dieses Reagenz basiert auf Methanol, dem zur Erhöhung der Lösungseigenschaften definierte Mengen aromatischer und halogener Kohlenwasserstoffe als Lösungsvermittler zugesetzt sind. Auch in HYDRANAL®-Coulomat Oil können Ölproben als Suspension auftreten. Die Bestimmung des Wassergehaltes ist dennoch problemlos möglich. Durch den Zusatz von Xylol wird insbesondere eine höhere Löslichkeit von Teer erzielt, das in relevanten Anteilen im Rohöl enthalten ist. Die Bildung eines Belages auf der Indikatorelektrode durch Teer wird hiermit verhindert und Störungen bei der Endpunktserkennung vermieden. Die Anforderungen der handelsüblichen Coulometer an die Leitfähigkeit von Reagenzien werden von dieser optimal abgestimmten Formulierung erfüllt. Eingesetzt wird das neue Reagenz als Analyt für Coulometriezellen mit Diaphragma in Kombination mit dem Katholyten HYDRANAL®-Coulomat CG.

Überprüfung der Vergleichbarkeit

Das HYDRANAL®-Labor hat eine umfangreiche Validierung des neuen Reagenzes mit Coulometern von verschiedenen Herstellern durchgeführt. Hierbei wurden jeweils 5 mL HYDRANAL®-Coulomat CG in den Kathodenraum und bis zur selben Füllhöhe – entsprechend etwa 100 mL – HYDRANAL®-Coulomat Oil in den Anodenraum gefüllt. In verschiedenen Ölen wurde der Wassergehalt von jeweils 2 mL Probe ermittelt (n=10). Des Weiteren wurden die Wiederfindungsrate (n=3) sowie die Reproduzierbarkeit mit HYDRANAL®-Water Standard 1.00 ermittelt. Dieser Standard ist geprüft gegen das Referenzmaterial NIST SRM 2890. Einige Ergebnisse der Verfahrensvalidierung sind in **Tabelle 1** dargestellt.

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 Ergebnissen nicht festgestellt.

Die Bestimmung von Wasser kann durch das hohe Aufnahmevermögen von HYDRANAL®-Coulomat Oil bei einer Vielzahl von Proben auch mit hohen Wassergehalten sehr reproduzierbar durchgeführt werden. Unabhängig von den untersuchten Ölproben werden Wiederfindungsraten größer 99 % bei gleichzeitig sehr hoher Reproduzierbarkeit ermittelt.

Überprüfung der Vergleichbarkeit

HYDRANAL®-Coulomat Oil enthält bereits 50 % Lösungsvermittler. Ein weiterer Zusatz von 10 % Chloroform zeigt bei den handelsüblichen Geräten keinen Einfluss auf die Wiederfindungsrate. Leichte Überbefunde sind jedoch bei einem Zusatz von 20 % Chloroform festzustellen. Den Ölen zugesetzte Additive können eine Nebenreaktion verursachen, die einen zu hohen Wassergehalt der Probe vortäuscht. Diese Öle müssen über die indirekte Methode mit dem KF-Ofen untersucht werden. Bei diesem Verfahren eignen sich insbesondere HYDRANAL®-Coulomat E oder HYDRANAL®-Coulomat AG Oven als Analyt.

Beim Gebrauch von Coulometriezellen ohne Diaphragma führen die im Reagenz enthaltenen Mengen an Lösungsvermittler zu einer Nebenreaktion. Hierdurch werden Ergebnisse ermittelt, die 5-10 % über dem wahren Wert liegen.

Überprüfung der Vergleichbarkeit

Bei der Bearbeitung Ihres Probenmaterials unterstützen wir Sie gern mit unserem großen 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.

Artikel-Nr.	Produkt	Beschreibung	Packungsgröße
34868	HYDRANAL®-Coulomat Oil	Analyt für die Titration von Ölen	100 mL; 500 mL
34840	HYDRANAL®-Coulomat CG	Katholyt, frei von halogenierten KW 10 x 5 mL Ampulle	50 mL
34847	HYDRANAL®- Water Standard 0.1	Standard für die coulometrische KF-Titration, 1 g (~ 1 mL bei 20 °C) enthält 0.10 mg = 0.01% Wasser 10 Glasampullen à 4 mL Geprüft gegen NIST SRM 2890	40 mL
34828	HYDRANAL®- Water Standard 1.00	Standard für die coulometrische KF-Titration, 1 g enthält 1.00 mg = 0.10 % Wasser, 10 Glasampullen à 4 mL Geprüft gegen NIST SRM 2890	40 mL

Probearart	Wassergehalt		Wiederfindungsrate	
	mg/kg	RSD/ %	WFR/ %	RSD/ %
Benzin bleifrei	73,3	2,2	99,3	0,8
Öl Baysilon M 50 EL	79,6	2,3	99,8	0,4
Rohöl BCF	225	5,5	99,3	2,4
Rohöl FRT	109	2,8	99,5	3,0
Silikonöl AK 20	75,0	3,4	99,6	1,4
Silikonöl TR 50	76,5	2,5	99,7	0,5
Speiseöl	300	2,1	99,9	0,9
Trafoöl	140	3,1	99,0	2,5
Trafoöl Teresso 46	27,5	0,7	99,7	1,2

Tabelle 1 Bestimmung des Wassergehaltes (n=10) sowie der Wiederfindungsrate (n=3) bei verschiedenen Ölproben

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

