



Wasserbestimmung in Dimethylsulfoxid (DMSO)

HYDRANAL™ Laboratory Report L 141

Die Wasserbestimmung in DMSO ist nicht reproduzierbar, denn DMSO verändert vermutlich die Stöchiometrie der KF-Reaktion. Mit zunehmender Probenmenge wird der Fehler größer.

Wasserbestimmung in unterschiedlichen Probenmengen DMSO:

DMSO	Hydranal-Composite 5 Verbrauch	gefundene Wassermenge	gefundener Wassergehalt
1,0 mL	0,08 mL	0,44 mg	0,044%
2,0 mL	0,14 mL	0,77 mg	0,038%
5,0 mL	0,19 mL	1,05 mg	0,021%
10,0 mL	0,35 mL	1,93 mg	0,019%
20,0 mL	0,62 mL	3,41 mg	0,017%

Honeywell

HONEYWELL RESEARCH CHEMICALS PORTFOLIO

Riedel-de Haën™ Burdick & Jackson™ Fluka™

 **DIAGONAL**
Ihr Laborfachhandel
für Wirtschaftlichkeit und Qualität

Einer definierten Wassermenge (= 20,0 mg) wurden unterschiedliche Probenmengen DMSO zugesetzt.

mg H ₂ O + DMSO	Hydranal-Composite 5 Verbrauch	gefundene Wassermenge	Wiederfindung
20 mg	3,81 mL	20,00 mg	100,0%
20 mg + 1,0 mL	3,80 mL	19,95 mg	99,75%
20 mg + 2,0 mL	3,77 mL	19,79 mg	98,95%
20 mg + 5,0 mL	3,71 mL	19,48 mg	97,40%
20 mg + 10,0 mL	3,49 mL	18,32 mg	91,60%
20 mg + 20,0 mL	3,38 mL	17,74 mg	88,70%

Die Ergebnisse wurden nach folgender Vorschrift ermittelt:

Im Titriergefäß werden 30 mL Hydranal-Methanol Rapid, Hydranal-Methanol dry oder Hydranal-CompoSolver E vorgelegt und mit Hydranal-Composite 5 trocken titriert.

Anschließend wird die Probe (oder Probe plus Wasser) dazugegeben und mit Hydranal-Composite 5 titriert.

Coulometrische Untersuchungen führen zu vergleichbaren Ergebnissen:

- Wassergehalt gefunden in 1 mL DMSO 311 ppm
- Wassergehalt gefunden in 20 mL DMSO 266 ppm

Kontrollbestimmungen mit Hydranal-Water Standard 1.0 (zugesetzte Wassermenge 1000 ppm) in Gegenwart von DMSO führten zu folgenden Ergebnissen:

- Wassergehalt in Gegenwart von 1 mL DMSO 994 ppm
- Wassergehalt in Gegenwart von 20 mL DMSO 910 ppm

(Die volumetrischen und coulometrischen Wassergehaltsbestimmungen wurden mit zwei verschiedenen Mustern durchgeführt).

In einer späteren Versuchsreihe wurde das Problem nochmals aufgegriffen. Wir stellten fest, dass auch die indirekte Bestimmung in einem KF-Ofen das Problem nicht eliminiert. Eine Temperaturrampe von 50-250°C zeigte, dass das Wasser der Probe azeotrop bei 130-190°C mit dem Produkt in die Coulometriezelle überdestilliert. Eine Abtrennung des Wassers ist nicht möglich. Eine auf diese Weise mit DMSO belastete Zelle zeigt die gleichen Fehler-größen wie eine durch Direktinjektion belastete Zelle.

Fazit:

Aufgrund der diversen Fakten muss die Empfehlung ausgesprochen werden, nicht mehr als 1 mL DMSO zu bestimmen. Die Additivierung in einer Coulometriezelle sollte vermieden werden. Durch Zusatz eines 1000 ppm Standards in die mit DMSO belastete Zelle kann die Größenordnung des aktuellen Fehlers bestimmt werden.



Europe and International

Thomas Wendt
HYDRANAL Center
of Excellence
Tel: +49-5137 999-353
Fax: +49-5137 999-698
hydranal@honeywell.com

[34805](#) HYDRANAL-Composite 5
[34741](#) HYDRANAL-Methanol dry

[34734](#) HYDRANAL-CompoSolver E
[37817](#) HYDRANAL-Methanol Rapid

WASSERSTANDARDS

[34828](#) HYDRANAL-Water Standard 1.0

[34426](#) HYDRANAL-CRM Water Standard 1.0

HILFSMITTEL:

[34241](#) HYDRANAL-Molecular Sieve 0.3 nm

[34788](#) HYDRANAL-Humidity Absorber

HYDRANAL Center of Excellence
Seelze, November 2002 / Juni 2018



Europe and International

Agnieszka Kossakowska
HYDRANAL Technical
Specialist
Tel: +48 512 355 628
hydranal@honeywell.com

FURTHER INFORMATION

Discover more of our [Laboratory reports](#).



USA and Canada

Doug Clark
HYDRANAL Technical Center
Tel: 1-800-Hydranal
(1-800-493-7262)
hydranal@honeywell.com

Um zu bestellen, kontaktieren Sie bitte:

Diagonal GmbH & Co. KG

Havixbecker Str. 62
D-48161 Münster/Westf.
Tel: +49 (0) 25 34/970-161
wilab@diagonal.de
www.diagonal.de

Honeywell Specialty Chemicals Seelze GmbH

Wunstorfer Strasse 40
D-30926 Seelze, Germany
www.lab-honeywell.com

Nach bestem Wissen wird angenommen, dass alle in diesem Dokument enthaltenen Stellungnahmen und Informationen zuverlässig und genau sind. Sie werden jedoch ohne jegliche, wie auch immer geartete, ausdrückliche oder implizite Garantie, Haftung oder Gewährleistung abgegeben. Angaben oder Vorschläge bezüglich eines möglichen Gebrauchs unserer Produkte werden ohne Stellungnahme getätigt und gewährleisten nicht, dass ein solcher Gebrauch kein Patent verletzt und sind keine Empfehlungen, irgendein Patent zu verletzen. Der Benutzer sollte nicht voraussetzen, dass alle Sicherheitsmaßnahmen in diesem Dokument angegeben sind oder dass andere Maßnahmen nicht erforderlich sind. Der Anwender übernimmt jegliche Haftung für die Nutzung der gewonnenen Informationen und Ergebnisse.



Hydranal ist eine Marke der Honeywell
Specialty Chemicals Seelze GmbH.

3157 RC DE | August 2018
© 2018 Honeywell International Inc. All rights reserved.

Honeywell

DIAGONAL