



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™

LOLAB
Die Chemie stimmt!

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 H ₂ O	3.81 mL	20.00 mg	100.0%
20 mg H ₂ O + 1.0 mL DMSO	3.80 mL	19.95 mg	99.75%
20 mg H ₂ O + 2.0 mL DMSO	3.77 mL	19.79 mg	98.95%
20 mg H ₂ O + 5.0 mL DMSO	3.71 mL	19.48 mg	97.40%
20 mg H ₂ O + 10.0 mL DMSO	3.49 mL	18.32 mg	91.60%
20 mg H ₂ O + 20.0 mL DMSO	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

As a result of the various facts, the recommendation must be made that no more than 1 mL of DMSO should be analyzed. The injection of several samples in a coulometric cell should be avoided. Addition of a 1000 ppm standard shows the current effect on the titration vessel.



Europe and International

Thomas Wendt

HYDRANAL Center of Excellence

Tel: +49-5137 999-353

Fax: +49-5137 999-698

hydranal@honeywell.com



Europe and International

Agnieszka Kossakowska

HYDRANAL Technical Specialist

Tel: +48 512 355 628

hydranal@honeywell.com



USA and Canada

Doug Clark

HYDRANAL Technical Center

Tel: 1-800-Hydranal

(1-800-493-7262)

hydranal@honeywell.com

VOLUMETRISCHE REAGENZIEN

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

Um zu bestellen, kontaktieren Sie bitte:

Lohmann Laborservice GmbH

Hinter der Bahn 17, D-21439 Marxen

(0)4185/ 208 88- 0

info@lolab.de

www.lolab.de

Honeywell Specialty Chemicals Seelze GmbH

Wunstorferstrasse 40

30926 Seelze, Germany

Tel.: +49 (0)5137-999-353

Fax: +49 (0)5137-999-698

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. © 2018 Honeywell International Inc. All rights reserved.



Honeywell

