



Application Note AN-T-230

Quantifizierung von 1,2-Diolen durch iodometrische Redoxtitration

Oxidative Spaltung als Probenvorbehandlung zur Analyse von Mannitol, Glycerin und vielem mehr

Die Bestimmung des Mannitolgehalts ist ein wichtiger Aspekt der Qualitätskontrolle in der Pharma- und Lebensmittelindustrie. In der pharmazeutischen Industrie wird Mannitol als Hilfsstoff bei der Herstellung von Tabletten, Kapseln und anderen Darreichungsformen verwendet. Es wird auch als Süßungsmittel in Lebensmitteln verwendet. Durch selektive oxidative Spaltung kann die Menge an 1,2-Diolgruppen im Analyten quantifiziert werden. Moleküle wie Mannitol oder Glycerin werden bei Umgebungsbedingungen oxidiert. Bei der Oxidation eines Äquivalents eines Diols wird das Periodat-Ion zu

Iodat reduziert. Das Iodat wird von einer Oxidationsstufe von +7 auf +5 reduziert und in Gegenwart von Iodidionen und Säure wird Iod aus Periodat und Iodat gebildet. Das gebildete Iod kann mit Thiosulfatlösung titriert werden. Durch die automatisierte Reagenzienzugabe und die automatisierte Blindwertbestimmung können reproduzierbare Ergebnisse mit einem sehr niedrigen RSD erzielt werden. Durch den Einsatz digitaler Elektroden sind alle verwendeten Komponenten vollständig rückverfolgbar und konform.

PROBEN- UND BLINDPROBENVORBEREITUNG

Die Analyse wird mit Mannitol, Glycerin und Glykol durchgeführt.

Nach dem Einwiegen der Probe in einen

Braunglasbecher wurde Periodatlösung zugegeben. Anschließend wurde die Reaktionsmischung abgedeckt für 30 Minuten im Dunkeln gelagert.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Der Blindwert und die Probelösungen wurden nach einer Reaktionszeit von 30 Minuten titriert. Vor der Titration wurden automatisch Kaliumiodidlösung und Schwefelsäure zugegeben. Unter Verwendung des in **Abbildung 1** dargestellten Geräteaufbaus wurde die

Probe anschließend mit Thiosulfatlösung bis nach dem ersten Äquivalenzpunkt mit der dPt-Titrode titriert. Der gesamte Prozess kann automatisiert werden, um Handhabungsfehler zu minimieren.

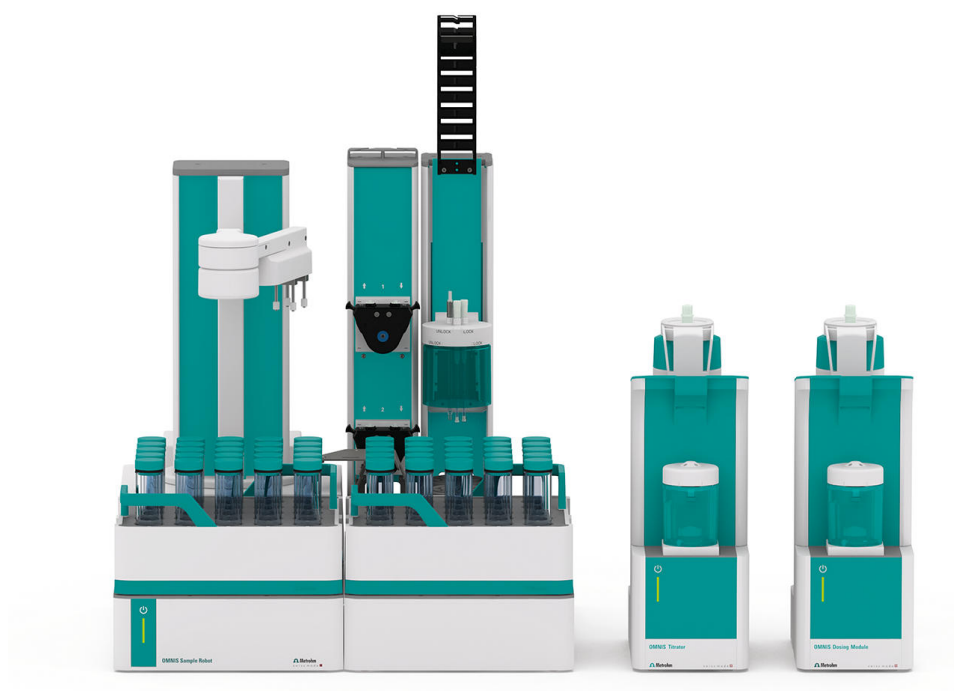


Abbildung 1. OMNIS Titrator mit einem OMNIS Dosiermodul und einem OMNIS Probenroboter S.

ERGEBNISSE

Die Bestimmung verschiedener diolhaltiger Moleküle (**Tabelle 1**) lieferte sehr genaue Ergebnisse mit einem aussagekräftigen Wiederfindungs-

/Gewichtsprozentsatz in der Probe. Eine Beispielbestimmung ist in **Abbildung 2** dargestellt.

Tabelle 1. Ergebnisse der Diolbestimmung durch oxidative Spaltung.

Probe	Ergebnis Gew.-%	RSD in %
Mannitol	101.62	0.36
Glycerin	101.99	2.14
Glykol	100.72	0.17



Abbildung 2. Beispielkurve der Bestimmung von Diolen in Mannit.

FAZIT

Automatisierte Titratoren von Metrohm können bei der Bestimmung des 1,2-Diol-Gehalts mittels iodometrischer Titration sehr hilfreich sein. Diese Titratoren sind darauf ausgelegt, den Titrationsprozess zu automatisieren und genaue und präzise Ergebnisse zu liefern. Sie sind außerdem in der Lage, mehrere Titrationen in kurzer Zeit durchzuführen und den gesamten Titrationsprozess zu steuern und zu überwachen, einschließlich der

Zugabe von Reagenzien, der Durchführung von Messungen und der Endpunkterkennung.

Insgesamt kann der Einsatz automatisierter Titratoren von Metrohm die Effizienz und Genauigkeit der Bestimmung von 1,2-Diolen durch iodometrische Titration verbessern und so ein nützliches Werkzeug für die Qualitätskontrolle in der Pharma- und Lebensmittelindustrie sein.

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

KONFIGURATION



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S mit einem Pumpenmodul "Peristaltik" (2-Kanal) und einem Pick&Place-Modul sowie umfangreichem Zubehör für den direkten Einstieg in die voll automatisierte Titration. Das System bietet in zwei Probenracks Platz für 32 Probenbecher à 120 mL. Dieses modulare System wird komplett montiert geliefert und kann somit in kürzester Zeit in Betrieb genommen werden.

Auf Wunsch kann das System mit noch zwei Peristaltikpumpen sowie einem weiteren Pick&Place-Modul ausgebaut werden und somit den Durchsatz verdoppeln. Sollten weitere Arbeitsstationen benötigt werden kann bereits dieser Sample Robot bis zu einem OMNIS Sample Robot der Grösse L ausgebaut werden, so dass Proben von sieben Racks an bis zu vier Pick&Place-Modulen parallel bearbeitet werden können und den Probendurchsatz vervierfachen.