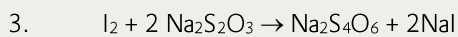
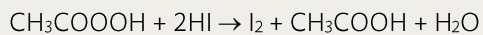
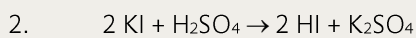
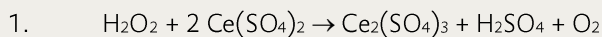


# Bestimmung der Konzentrationen von Wasserstoffperoxid und Peressigsäure (Titrationsmethode)

## ALLGEMEINES ZUR METHODE

Die Titrationsmethode zur Bestimmung der Konzentration von Wasserstoffperoxid und Peressigsäure wird vorzugsweise für Produkte mit einem Peressigsäuregehalt von >1% angewendet (z.B. PERACLEAN® 5 und PERACLEAN® 15).

Die Methode beruht auf zwei Redox titrationen die nacheinander in einer Probelösung durchgeführt werden. Es wird zuerst, das in der Probe vorliegende Wasserstoffperoxid mit Cer(IV)-sulfatlösung titriert (Gleichung 1). Anschließend wird dieselbe Probelösung mit einem Überschuss an Kaliumiodid versetzt. Dieses bildet in schwefelsaurer Lösung mit der vorliegenden Peressigsäure eine äquivalente Menge freies Iod (Gleichung 2). Das entstandene Iod wird mit Natriumthiosulfatlösung titriert (Gleichung 3) und aus dem Verbrauch an Natriumthiosulfat der Peressigsäuregehalt errechnet.



Die Methode wird vorzugsweise manuell bzw. mit visueller Endpunkterkennung durchgeführt. Alternativ können die Endpunkte der beiden Titrationsen auch potentiometrisch mit einem Titrationsgerät ermittelt werden. In diesem Fall müssen zunächst die dafür benötigten Titrationsparameter sorgfältig erarbeitet werden.

## GERÄTE ALLGEMEIN

- Analysenwaage
- 250 ml Bechergläser (Titrierbecher) oder 300 ml Erlenmeyerkolben
- 1 ml Einmalspritzen
- Dispenser oder Messzylinder für Schwefelsäure, Kaliumiodidlösung und Stärkelösung

## TITRATIONSGERÄTE

Für manuelle Titrationsen:

- 2 Dosiergeräte (Dosimate) oder 2 Braunglasbüretten (20 ml und 50 ml)
- Magnetrührer
- Dosiereinheit mit 50 ml Braunglaszylinder und einer Vorratsflasche für die Cer(IV)-sulfatlösung
- Dosiereinheit mit 20 ml Braunglaszylinder und einer Vorratsflasche für die Natriumthiosulfatlösung

Zusätzlich für potentiometrische Titrationsen:

- Titrationsautomat, programmiert mit geeigneten Methoden zur potentiometrischen Titration von Wasserstoffperoxid und Peressigsäure
- Pt – Redoxelektrode

# Bestimmung der Konzentrationen von Wasserstoffperoxid und Peressigsäure (Titrationsmethode)

## REAGENZIEN

- Peressigsäurelösung (Testsubstanz)
- Cer(IV)-sulfat-Lösung  $c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mol/l}$  (Titer  $1.000 \pm 0.002$ )
- Natriumthiosulfatlösung  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mol/l}$  (Titer  $1.000 \pm 0.002$ )
- Schwefelsäure p.a.  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \sim 2.5 \text{ mol/l}$
- Kaliumiodid-Lösung p.a. 20%
- Ferroinlösung  $c(1,10\text{-Phenanthrolin-Eisen(II)-sulfat}) = 0.025 \text{ mol/l}$
- Stärkelösung 1% (oder gebrauchsfertige Zinkiodidstärkelösung p.a.)
- Reinstwasser (über Osmose und Ionenaustauscher aufbereitetes Trinkwasser)
- Zerstoßenes Eis

## BESONDERE SICHERHEITSHINWEISE

Die Reagenzien sind nur unter Beachtung der Hinweise bezüglich Gesundheit und Sicherheit zu verwenden. Angaben hierzu siehe in den Sicherheitsdatenblättern.

## BESONDERE UMGEBUNGS- UND VERFAHRENSBEDINGUNGEN

Zersetzungsgefahr bei Berührung mit unverträglichen Stoffen, Verunreinigungen, Metallen, Alkalien, Reduktionsmitteln

## DURCHFÜHRUNG

Es wird an dieser Stelle nur die manuelle Durchführung mit visueller Endpunkterkennung beschrieben.

In einem Titrierbecher oder Erlenmeyerkolben werden ca. 25 g zerstoßenes Eis, 2 ml Schwefelsäure und 3 Tropfen Ferroinlösung vorgelegt. Zur Einwaage der Peressigsäure wird eine Einmalspritze mit der Probe befüllt und sofort auf einer Analysenwaage auf Null tariert. Aus der tarierten Spritze werden einige Tropfen der Probe in den Titrierbecher gegeben und die Spritze auf der Waage zurückgewogen. Die Einwaage wird auf 0,0001 g genau notiert. Die orangefarbene Probelösung wird dann zügig unter Rühren mit der Cer(IV)-sulfatlösung bis zum Umschlag auf einen reinen blauen Farbton titriert. Dabei ist darauf zu achten, dass die Probe keinesfalls übertitriert wird! Der Verbrauch an Cer(IV)-sulfat wird notiert (V1). Mit dieser Titration wird der Gehalt des in der Probe vorhandenen Wasserstoffperoxids erfasst.

Für die sofort im Anschluss erfolgende Peressigsäurebestimmung, wird die blaue Probelösung mit 5 ml Kaliumiodidlösung versetzt und mit 100 – 150 ml Reinstwasser verdünnt. Durch das entstehende freie Iod färbt sich die Lösung dunkelbraun. Nun wird unter Rühren soweit mit der Natriumthiosulfatlösung titriert, bis die Lösung langsam hellbraun wird.

Erst dann werden einige Tropfen Stärkelösung (oder 2 ml der Zinkiodidstärkelösung) hinzugefügt, die Probelösung färbt sich dabei wieder dunkel. Es wird nun langsam mit der Natriumthiosulfatlösung weiter titriert, bis ein endgültiger Farbumschlag nach orange erfolgt ist. Die Lösung sollte danach möglichst klar sein. Der Verbrauch an Natriumthiosulfat wird ebenfalls notiert (V2).

Weitere Hinweise:

Die Einwaage der Peressigsäureprobe sollte so gewählt werden, dass die Volumina der Dosierzylinder von Cer(IV)-sulfat und Natriumthiosulfat optimal genutzt werden. Ein wiederholtes Befüllen der Zylinder während einer Titration sollte vermieden werden.

Für unten stehende PERACLEAN® Produkte können folgende Einwaagen empfohlen werden:

PERACLEAN® 5                    ca. 0,3 g

PERACLEAN® 15                ca. 0,2 g

Die Titer der beiden Titrationslösungen (Cer(IV)-sulfat und Natriumthiosulfat) müssen genau bekannt sein (Zertifikate der Hersteller beachten!). Ist dies nicht der Fall, so müssen Faktorbestimmungen mit entsprechenden Ursubstanz durchgeföhrt werden. Die Faktoren (f) müssen bei der Berechnung berücksichtigt werden.

# Bestimmung der Konzentrationen von Wasserstoffperoxid und Peressigsäure (Titrationsmethode)

## BERECHNUNGEN

### 1. Berechnung des Wasserstoffperoxidgehalts in Gewichtsprozent (Massenanteil):

$$\blacktriangleright \text{Wasserstoffperoxid [Gew\%]} = \frac{V1 \text{ [ml]} \text{ Cer(IV)sulfat} * f * 0,17007 \left[\frac{\text{g}}{100 \text{ ml}}\right]}{E \text{ [g]}}$$

V1 = Volumen der Cer(IV)-sulfatlösung das für die Titration benötigt wurde [ml]

f = Titer (Faktor) der Cer(IV)-sulfatlösung

E = Einwaage der Peressigsäureprobe [g]

### 2. Berechnung des Peressigsäuregehalts in Gewichtsprozent (Massenanteil):

$$\blacktriangleright \text{Peressigsäure [Gew\%]} = \frac{V2 \text{ [ml]} \text{ Natriumthiosulfat} * f * 0,38026 \left[\frac{\text{g}}{100 \text{ ml}}\right]}{E \text{ [g]}}$$

V2 = Volumen der Natriumthiosulfatlösung das für die Titration benötigt wurde [ml]

f = Titer (Faktor) der Natriumthiosulfatlösung

E = Einwaage der Peressigsäureprobe [g]

### 3. Berechnung des Gehalts an Essigsäure in Gewichtsprozent (Massenanteil):

$$\blacktriangleright \text{Restsäuregehalt an Essigsäure [Gew.\%]} = \text{Anfangswerte an Essigsäure [Gew.\%]} - 0,79 * \text{gebildete Peressigsäure [Gew.\%]}$$

### 4. Berechnung des Peressigsäuregehalts in Milligramm pro Liter (mg/l):

Diese Berechnung wird bspw. zur Herstellung einer Kalibrierlösung bei der fotometrischen Gehaltsbestimmung niedrig konzentrierter Peressigsäuren mit ABTS benötigt.

$$\blacktriangleright \text{Peressigsäure [mg/l]} = \frac{V2 \text{ [ml]} \text{ Natriumthiosulfat} * f * 0,38026 \left[\frac{\text{g}}{100 \text{ ml}}\right] * 10000}{E \text{ [ml]}}$$

V2 = Volumen der Natriumthiosulfatlösung das für die Titration benötigt wurde [ml]

f = Titer (Faktor) der Natriumthiosulfatlösung

E = Probevolumen [ml] (z.B. 10 ml zur Titration der Vorverdünnung bei der fotometrischen Bestimmung mit ABTS)

Erläuterung zum Titer:

$$f = \frac{c(\text{Titrant})_{\text{Ist-Wert}}}{c(\text{Titrant})_{\text{Soll-Wert}}} \quad \text{z. B.} = \frac{0,1010 \left[\frac{\text{mol}}{\text{l}}\right]}{0,1000 \left[\frac{\text{mol}}{\text{l}}\right]} = 1,010$$

# Bestimmung der Konzentrationen von Wasserstoffperoxid und Peressigsäure (Titrationsmethode)

## UMWELT/ENTSORGUNG DER CHEMIKALIEN

Die Entsorgung von Laborresten an Peressigsäure richtet sich nach den Gegebenheiten des Verwenders.

## LITERATURHINWEIS

- Peressigsäure Produktinformation, z.B. PERACLEAN® 15
- Fotometrische Gehaltsbestimmung niedrig konzentrierter Peressigsäuren mit ABTS (Analytische Methode für Peressigsäuren)
- Gerätebeschreibungen der Hersteller

## ANMERKUNGEN

Die Methode basiert auf der internen Analysenmethode PA-84 [609/PM10] und [609/PM11].

Unsere Informationen entsprechen unseren heutigen Kenntnissen und Erfahrungen nach unserem besten Wissen. Wir geben sie jedoch ohne Verbindlichkeit weiter. Änderungen im Rahmen des technischen Fortschritts und der betrieblichen Weiterentwicklung bleiben vorbehalten. Unsere Informationen beschreiben lediglich die Beschaffenheit unserer Produkte und Leistungen und stellen keine Garantien dar. Der Abnehmer ist von einer sorgfältigen Prüfung der Funktionen bzw. Anwendungsmöglichkeiten der Produkte durch dafür qualifiziertes Personal nicht befreit. Dies gilt auch hinsichtlich der Wahrung von Schutzrechten Dritter. Die Erwähnung von Handelsnamen anderer Unternehmen ist keine Empfehlung und schließt die Verwendung anderer gleichartiger Produkte nicht aus.

Evonik Operations GmbH  
Active Oxygens  
Rodenbacher Chaussee 4  
63457 Hanau, Germany  
[evonik.com/activeoxygens](https://www.evonik.com/activeoxygens)

FUTURIZE PEROXIDE  
The peroxide experts at Evonik