

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

Determination of Chloride, phosphate sulphate, nitrate and dipicolinic acid via ion chromatography Bestimmung von Chlorid, Phosphat Sulfat, Nitrat und Dipicolinsäure mittels Ionenchromatographie

Allgemeines zur Methode

Für die Bestimmung der Anionen und Dipicolinsäure wird eine zersetzte Wasserstoffperoxidprobe verwendet.

Geräte

- Kolbenhubpipetten
- Ionenchromatograph DX-500 (Fa. Dionex)
bestehend aus:
 - Gradient Pump GP40
 - Chromatography Enclosure LC20
 - Conductivity Detector CD20
 - Suppressor ASRS-Ultra 4 mm
 - Eluent Degas Modul
 - Chromeleon 6.20 Auswerte-Software
- Platingeräte
- Thermostat
- Tuberkulinspritze

Reagenzien

- Wasserstoffperoxid
- Dest. Wasser (über eine Quarzdestillation aufbereitetes Wasser)
- Ionen-Standardlösungen gebrauchsfertig
- DPS > 98% Dipicolinsäure, Pyridin-2,6-dicarbonensäure
- Natriumcarbonat p.a.
- Natriumhydrogencarbonat p.a.
- Seesand p.a. mit Säure gereinigt und gegläht
- Salpetersäure 65 % p.a.

Besondere Sicherheitshinweise

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

Besondere Umgebungs- und Verfahrensbedingungen

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

Durchführung

Vorbereitung der Probe:

Die Zersetzung des Wasserstoffperoxids erfolgt in einer Platinschale, deren Größe sich nach der zu zersetzenden Menge richtet. Diese wird mit Seesand ausgerieben, mit Salpetersäure ausgekocht und mit dest. Wasser gut ausgespült.

General Information about the method

For the determination of anions and dipicolinic acid a decomposed sample of hydrogen peroxide is used.

Equipment

- piston pipettes
- ion chromatograph DX-500 (Dionex company)
consisting of:
 - Gradient Pump GP40
 - Chromatography Enclosure LC20
 - Conductivity Detector CD20
 - Suppressor ASRS-Ultra 4 mm
 - Eluent Degas Modul
 - Chromeleon 6.20 evaluation-Software
- platinum equipment
- thermostat
- "Tuberculine" syringe

Reagents

- hydrogen peroxide
- dest. Water - prepared in quartz distillation apparatus
- ion standard solutions (ready for use)
- DPS > 98% dipicolinic acid, pyridine-2,6 dicarbonic acid
- sodium carbonate p.a.
- sodium hydrogencarbonate p.a.
- sea sand p.a. acid cleaned and calcined
- nitric acid 65 % p.a.

Special safety instructions

All reagents and chemicals must be handled according to the health and safety regulations. Refer to the safety data sheets.

Special procedure instructions

Danger of decomposition by contact with incompatible materials, contaminants, metals, alkalis, reducing agents.

Procedure

Sample preparation:

Clean a platinum dish of suitable size with sea sand by placing a small quantity of the sand into the dish, dampening it and then rubbing it around the dish with a soft cloth so that the surface of the dish is roughened. Then using a water bath warm a small quantity of nitric acid in the dish. After each cleaning wash the platinum dish very carefully with distilled water.

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

Determination of Chloride, phosphate sulphate, nitrate and dipicolinic acid via ion chromatography

Bestimmung von Chlorid, Phosphat Sulfat, Nitrat und Dipicolinsäure mittels Ionenchromatographie

Die derart vorbereitete Schale wird mit etwas dest. Wasser beschickt und in eine größere flache Porzellanschale gesetzt, welche zur Kühlung dest. Wasser enthält. Kleinere Schalen werden in den Thermostaten bei 40°C eingesetzt. Die Schale wird mit einem Uhrglas abgedeckt, um Fehler durch Verspritzen zu vermeiden. Die Zugabe des Wasserstoffperoxids erfolgt portionsweise, dadurch wird eine allzu stürmische Zersetzung verhindert. Nach vollständiger Entgasung wird der Glasdeckel abgespült und entfernt. Die Probe wird so weit eingedampft, dass sie in einen Messkolben mit dem Anfangsvolumen überspült werden kann. Nach dem Abkühlen wird mit dest. Wasser zur Marke aufgefüllt.

Eichlösungen:

Standards werden aus gebrauchsfertigen Lösungen mit $1,000 \pm 0,002$ g/l des jeweiligen Anions durch entsprechendes Verdünnen mit dest. Wasser hergestellt.

DPS-Standard:

100 mg DPS werden im 100 ml Messkolben im Ultraschallbad mit dest. Wasser gelöst,
 1 ml auf 100 ml verdünnt = 10 mg/l DPS,
 2 ml auf 100 ml verdünnt = 20 mg/l DPS und
 2 ml auf 50 ml verdünnt = 40 mg/l DPS

Die jeweiligen Konzentrationen werden in den entsprechenden *.qnt-File unter "Amount Table" eingegeben. Dabei können weitere Konzentrationen zur Erstellung einer Eichkurve eingegeben werden. Die Zuordnung der Peaks erfolgt über die Retentionszeiten. Die Eichkurve wird aus den Peakflächen und den zugehörigen Konzentrationen errechnet.

Durchführung:

Vorbereiten des Ionenchromatographen

- Eluent A 3,5/1: 3,5 mmol Na₂CO₃ + 1mmol NaHCO₃
- Eluent C Wasser: dest. Wasser
- Säule: AG9 + AS9
- Druckluft und Helium öffnen.

Programmstart:

- Chromeleon starten
- Workspace, Open Workspace, DX-500
- Einstellungen:
 - 3,5/1: 30%
 - Wasser: 70%
 - Flow: 1 ml/min
 - Pumpe connected: on
 - Current: 100 mA
- Baseline Monitoring einschalten, stabile Basislinie abwarten
- Standards (Type=Standard) und Proben (Type=unknown) in der entsprechenden Sequence anlegen, zugehöriges Programm (.pgm) und Methode (.qnt) auswählen, wenn nötig Dil. Faktor eingeben. Speichern.

Add a few millilitres of distilled water to the prepared dish, then place the platinum dish into a larger flat porcelain dish containing – as cooling medium – distilled water. Smaller platinum dishes can be placed directly into a thermostat at 40°C. Cover the platinum dish with a watchglass in order to avoid mistakes caused by splashing. Add the hydrogen peroxide in small portions to avoid a violent decomposition. After degassing completely remove the watchglass and rinse it off into the platinum dish. The sample is evaporated until it can be rinsed into a volumetric flask. After cooling fill up to the mark with distilled water.

Calibration solutions:

Standards are prepared by dilution with distilled water of ready to use solutions of 1.000 ± 0.002 g/l of the respective anions.

DPS-standard:

Disolve 100 mg DPS in distilled water in a 100ml volumetric flask using an ultrasonic bath,
 1 ml diluted to 100 ml = 10 mg/l DPS,
 2 ml diluted to 100 ml = 20 mg/l DPS und
 2 ml diluted to 50 ml = 40 mg/l DPS

The respective concentrations are entered into the corresponding *.qnt-File under "Amount Table". Further concentrations can be entered in order to create a calibration curve. The allocation of the peak areas is carried out via the retention times. The calibration curve is calculated from the peak areas and the appropriate concentrations.

Procedure:

Preparation of the ion chromatograph

- Eluent A 3.5/1: 3.5 mmol Na₂CO₃ + 1 mmol NaHCO₃
- Eluent C water: dist. water
- Column: AG9 + AS9
- Compressed air and helium open.

Program start:

- Start Chromeleon
- Workspace, Open Workspace, DX-500
- Settings:
 - 3,5/1: 30%
 - Water: 70%
 - Flow: 1 ml/min
 - Pumpe connected: on
 - Current: 100 mA
- Baseline Monitoring switch on, Wait for stable baseline
- Set up standards (Type=Standard) and samples in the appropriate sequence, select the appropriate program (.pgm) and method (.qnt), if necessary enter dilution factor. Save.

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

Determination of Chloride, phosphate sulphate, nitrate and dipicolinic acid via ion chromatography

Bestimmung von Chlorid, Phosphat Sulfat, Nitrat und Dipicolinsäure mittels Ionenchromatographie

- Standard auf eine 100 µl Probenschleife mit einer 1 ml Tuberkulinspritze geben.
 - Baseline Monitoring ausschalten.
 - über Batch, Start, Ready Check, ok das Programm starten
 - dabei wird mittels Druckluft das Einspritzventil umgestellt und die Datenaufnahme gestartet
 - nach der, in der Methode eingestellten Zeit stoppt die Analyse, der Status wird von Single auf Finished gesetzt und die nächste Probe angezeigt
 - danach werden die weiteren Standards bzw. Proben analysiert
 - falls erforderlich, werden die Chromatogramme der Standards und Proben nachbearbeitet
 - der Ausdruck erfolgt über Markieren der entsprechenden Proben (schwarz unterlegt), File (in der Task-Leiste), Batch Report, entsprechenden *.rpt-File aufrufen, Bedingungen festlegen und mit ok ausdrucken
- Place the standard solution onto a 100 µl sampling loop using a 1 ml tuberculine syringe.
 - Switch off "Baseline Monitoring".
 - Start the program via "Batch", "Start", "Ready Check", "o.k."
 - By means of compressed air the injection valve is changed over and the data acquisition started.
 - After the set time, as defined in the method, the analysis stops, the status is set from "Single" to "Finished" and the next sample is displayed.
 - Afterwards analyse further standards or samples.
 - If necessary the chromatograms of the standards or samples are adapted.
 - The print out is carried out by marking the appropriated samples (highlighted with black), calling up „File“ (in the „Task –Bar“), „Batch Report“, calling up the required *.rpt File, defining the conditions and printing out with ok.

Berechnung

Die Ergebnisse werden in mg/l ausgedruckt

$$C \text{ (ppm)} = \frac{C \text{ (mg/l)}}{\text{Dichte von H}_2\text{O}_2}$$

Umrechnung von Nitrat in Natriumnitrat:

$$C(\text{NaNO}_3) = C(\text{NO}_3) \cdot 1,3708$$

Umwelt/Entsorgung der Chemikalien

Die Entsorgung von Laborresten an Wasserstoffperoxid und Wasserstoffperoxid-Proben richtet sich nach den Gegebenheiten des Verwenders.

Literaturhinweis

- Gerätebeschreibung der Hersteller
- Produktinformation "Wasserstoffperoxid"

Anmerkungen

Die Methode basiert auf der internen Analysenmethode WO10.

Calculation

The results are printed out in mg/l.

$$C \text{ (ppm)} = \frac{C \text{ (mg/l)}}{\text{Density of H}_2\text{O}_2}$$

Conversion from nitrate to sodium nitrate:

$$C(\text{NaNO}_3) = C(\text{NO}_3) \cdot 1.3708$$

Environment/Disposal of Chemicals

The disposal of laboratory quantities of hydrogen peroxide and hydrogen peroxide samples must be in accordance with local regulations

Literature

- Manufacturer equipment description
- Product information "Hydrogen Peroxide"

Remarks

The method is based on the internal analytical method WO10.

This information and all further technical advice are based on our present knowledge and experience. However, it implies no liability or other legal responsibility on our part, including with regard to existing third party intellectual property rights, especially patent rights. In particular, no warranty, whether express or implied, or guarantee of product properties in the legal sense is intended or implied. We reserve the right to make any changes according to technological progress or further developments. The customer is not released from the obligation to conduct careful inspection and testing of incoming goods. Performance of the product described herein should be verified by testing, which should be carried out only by qualified experts in the sole responsibility of a customer. Reference to trade names used by other companies is neither a recommendation, nor does it imply that similar products could not be used.