

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

Determination of tin using atomic emission spectrometry (ICP-AES)

Bestimmung von Zinn mittels Atomemissionsspektrometrie (ICP-AES)

Allgemeines zur Methode

Zinn wird nach alkalischer Zersetzung mittels Atomemissionsspektrometrie gemessen. Die herkömmliche Methode, das H₂O₂ in Platinschalen zu zersetzen, kann hier nicht angewandt werden, da das Zinn am Platin haften bleibt und bei der Analyse somit zu wenig gefunden wird. Für die Sn-Bestimmung wird deshalb eine alkalische Zersetzung des H₂O₂ im Becherglas angewandt. Mit Hilfe eines Zerstäubers wird die Probelösung zerstäubt und mittels des Trägergases (Zerstäubergas) Argon als Aerosol in ein induktiv gekoppeltes Plasma (ICP) transportiert. Im Plasma wird zunächst die Probe verdampft, die Moleküle in Atome gespalten und diese Atome zur Strahlung angeregt. Aufgrund der hohen Plasmatemperatur (ca. 8000°C) treten neben Atomlinien auch Ionenlinien auf, welche als Analysenlinien herangezogen werden können. Die Emissionslinien werden nun in einem Spektrometer spektral zerlegt und die Intensitäten der emittierten Elementlinien mit einem Photomultiplier gemessen.

Geräte

- Atomemissionsspektrometer
- Mikroliter-Pipetten (Eppendorf/Brand)
- Heizplatte

Reagenzien

- Wasserstoffperoxid
- Dest. Wasser - über eine Quarzdestillation aufbereitetes Wasser
- ICP-Standardlösungen - gebrauchsfertige Standardlösungen verschiedener Hersteller
- Salzsäure 30 % SUPRAPUR®
- Natronlauge c(NaOH) ~ 5 mol/l
- Argon 4.8 (99,998 %)

General Information about the method

After alkaline decomposition tin is measured using atomic emission spectrometry. The usual method to decompose H₂O₂ in a platinum dish cannot be used here because tin sticks to the platinum thus reducing the amount found in the analysis. For the tin determination an alkaline decomposition is therefore carried out in a glass beaker. With the help of an atomizer the sample solution is atomized and is then transported in the form of an aerosol using a carrier gas (argon = atomizing gas) into the inductively coupled plasma (ICP). In the plasma the sample is vapourized, the molecules split into atoms and the atoms excited to emission. Due to the high plasma temperature (approx. 8000°C) ionic lines as well as atomic lines occur and are also used in the analysis. The emission lines are separated spectrally in the spectrometer. The intensities of the emitted element lines are measured with a photomultiplier.

Equipment

- atomic emission spectrometer
- microlitre-pipettes (Eppendorf/Brand)
- heating plate

Reagents

- hydrogen peroxide
- dest. Water - prepared in quartz distillation apparatus
- ICP standard solutions - ready to use standard solutions available from different suppliers
- hydrochloric acid 30 % SUPRAPUR®
- sodium hydroxide solution c(NaOH) ~ 5 mol/l
- argon 4.8 (99.998 %)

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

Determination of tin using atomic emission spectrometry (ICP-AES)

Bestimmung von Zinn mittels Atomemissionsspektrometrie (ICP-AES)

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:

In ein kratzerfreies 1 l Becherglas werden 2,5 ml Natronlauge c(NaOH) ~ 5 mol/l vorgelegt und 25 ml H₂O₂ in kleinen Portionen vorsichtig zugegeben. Am Anfang wird etwas erwärmt bis die Zersetzungsreaktion in Gang kommt. Sollte die Zersetzung zu stürmisch werden, gibt man etwas dest. Wasser (Spritzflasche) zur Kühlung zu. Nachdem alles H₂O₂ zersetzt ist, wird mit 2,5 ml Salzsäure 30% angesäuert und mit dest. Wasser in einen 50 ml Messkolben übergespült und zur Marke aufgefüllt.

Kalibrieren:

Für die Kalibrierung werden eine Blind- und eine Standardlösung hergestellt, die dieselben Reagenzien (Natronlauge u. Salzsäure) in derselben Menge enthalten, wie sie zur Probenvorbereitung verwendet wurden. Die Standardlösung enthält außerdem eine Sn-Menge von 5 mg/l zur Kalibrierung des Gerätes. Die Kalibrierung wird mit einer Checklösung kontrolliert die einen Sn-Gehalt von 1 mg/l und die Matrix wie oben beschrieben enthält. Vor der Kalibrierung muss immer ein "Auto Search" durchgeführt werden. Bedingt durch Temperaturschwankungen und mechanische Fehler entsprechen die mit dem Spektrometer gefundenen Wellenlängen nicht exakt den Literaturwellenlängen. "Auto Search" speichert die Abweichungen (Offsets), so dass mit den Literaturwellenlängen gearbeitet werden kann.

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, reducing agents, alkalis.

Procedure

Sample preparation:

Place 2.5 ml sodium hydroxide solution c(NaOH) ~ 5 mol/l into a scratch-free 1 l beaker and carefully add 25 ml H₂O₂ in small portions. In the beginning warm until the decomposition reaction starts. Should the decomposition become too violent add some distilled water (wash bottle) to cool it down. After all the H₂O₂ has been decomposed acidify with 2.5 ml hydrochloric acid 0% and rinse into a 50 ml volumetric flask and fill to the mark.

Calibration:

For the calibration a blank and a standard solution containing the same reagents (sodium hydroxide solution and hydrochloric acid) in the same quantities as in the samples are prepared. The standard solution also contains 5mg/l Sn for the calibration. The calibration is checked using a check solution of 1 mg/l Sn and the same matrix as described above. Before calibrating always carry out an "Auto Search". As a result of temperature differences and mechanical faults, the wavelengths found with the spectrometer do not correspond exactly to the literature values. "Auto Search" stores the deviations (Offsets), so that the literature wavelengths can be used.

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

Determination of trace elements using atomic emission spectrometry (ICP-AES)

Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomemissionsspektrometrie (ICP-AES)

Messung:

Bei der eigentlichen Messung werden die gemessenen Intensitäten mit den in der Kalibrierung ermittelten Koeffizienten auf Konzentrationen umgerechnet. Sollte die Konzentration größer sein als die des Kalibrierungsstandards, muss eine weitere Messung mit entsprechender Kalibrierung durchgeführt werden.

Berechnung

$c(\text{real}) \text{ (mg/l)} = c(\text{gemessen}) * \text{Verdünnungsfaktor}$

$$c(\text{real}) \text{ (ppm)} = \frac{c(\text{gemessen}) * \text{Verdünnungsfaktor}}{\text{Dichte}}$$

oxid und Wasserstoffperoxid-Proben richtet sich nach den Gegebenheiten des Verwenders.

Literaturhinweis

- Gerätebeschreibung der Hersteller
- Produktinformation "Wasserstoffperoxid"
- Joachim Nölte, ICP Emissionsspektrometrie für Praktiker, Wiley-VCH Verlag GmbH

Anmerkungen

Die Methode basiert auf der internen Analyse-methode WM21.

Measurement:

Using the coefficients determined during the calibration the intensities measured can be converted to concentrations.

Should the concentration be higher than that of the calibration standards, repeat the measurement using a suitable calibration

Calculation

$c(\text{real}) \text{ (mg/l)} = c(\text{measured}) * \text{dilution factor}$

$$c(\text{real}) \text{ (ppm)} = \frac{c(\text{measured}) * \text{dilution factor}}{\text{density}}$$

accordance with local regulations

Literature

- Manufacturer equipment description
- Product information "Hydrogen Peroxide"
- Joachim Nölte, ICP Emissionsspektrometrie für Praktiker, Wiley-VCH Verlag GmbH

Remarks

The method is based on the internal analytical method WM21.

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.