

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

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

Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomemissionsspektrometrie (ICP-AES)

Allgemeines zur Methode

Spurenelemente können einzeln oder zusammen in einem Analysenprogramm mittels Atomemissionsspektrometrie im zersetzten Wasserstoffperoxid bestimmt werden. ICP-AES = Induktiv gekoppeltes Plasma-Atomemissionsspektrometrie.

Geräte

- Atomemissionsspektrometer
- Platingeräte
- Mikroliter-Pipetten (Eppendorf/Brand)
- Thermostat mit Übertemperaturssicherung
- Wasserbad

Reagenzien

- Wasserstoffperoxid
- Dest. Wasser - über eine Quarzdestillation aufbereitetes Wasser
- Quarzsand/Seesand p.a. mit Säure gereinigt und gegläht
- ICP-Standardlösungen - Gebrauchsfertige Standardlösungen verschiedener Hersteller
- Salzsäure 30 % SUPRAPUR®
- Salpetersäure 65 % p.a.
- Argon 4.8 (99,998 %)

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.

General Information about the method

Trace elements in decomposed hydrogen peroxide can be determined either individually or together in one analytical program using atomic emission spectrometry. ICP-AES = inductively coupled plasma - atomic emission spectrometry

Equipment

- atomic emission spectrometer
- platinum equipment
- microlitre-pipettes (Eppendorf/Brand)
- thermostat with excess temperature cutout
- water bath

Reagents

- hydrogen peroxide
- dest. Water - prepared in quartz distillation apparatus
- quartz sand/ sea sand p.a. acid cleaned, and calcined
- ICP standard solutions - ready to use standard solutions available from different suppliers
- hydrochloric acid 30 % SUPRAPUR®
- nitric acid 65 % p.a.
- argon 4.8 (99.998 %)

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.

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

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

Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomemissionsspektrometrie (ICP-AES)

Durchführung

Vorbereitung der Probe:

Die Zersetzung des Wasserstoffperoxids erfolgt in einer Platinschale, deren Größe sich nach der zu zersetzenden Menge richtet. Die Schale wird mit Seesand ausgerieben, mit Salpetersäure ausgekocht und mit dest. Wasser gut ausgespült. 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 der Zersetzung wird die Probe auf dem Wasserbad auf das benötigte Volumen eingeeengt und 30 %ige Salzsäure SUPRAPUR (5 ml / 100 ml Endvolumen) zugegeben. Abhängig von der Anzahl der zu bestimmenden Elemente und von der Nachweisgrenze für jedes Element werden 50 bis 500 ml H₂O₂ angewandt. Dabei ist zu beachten, dass bei starken Anreicherungen (etwa ab Anreicherungsfaktoren > 5) Trübungen und Ausflockungen entstehen können. In diesen Fällen wird nicht so stark angereichert und man nimmt schlechtere Nachweisgrenzen in Kauf.

Kalibrieren:

Aus den original Einzelement-Standardlösungen (1g/l) werden Stammlösungen der Konzentration 50 mg/l mit Zusatz von Salzsäure 30 % SUPRAPUR (5 ml/100 ml Volumen) angesetzt. Diese können sowohl aus Einzelementen als auch aus mehreren Elementen (bei chemischer Verträglichkeit) bestehen. Aus diesen Stammlösungen werden die Kalibrierstandardlösungen hergestellt, deren Elementkonzentrationen den Elementgehalten der zu messenden Proben entsprechen müssen.

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. Then using a water bath warm a small quantity of nitric acid in the dish and wash the platinum dish very carefully with distilled water. 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 the decomposition concentrate the sample to the required volume by heating in a water bath. Add hydrochloric acid 30 % SUPRAPUR (5ml/ 100ml final volume). Depending on the number of elements to be determined and the detection limit of each element a volume of between 50 and 500 ml H₂O₂ is used. However take into account that on concentrating (from an enrichment factor of approx. > 5) clouding and flocculation can occur. In this case the sample can not be strongly concentrated and a poorer detection limit must be accepted.

Calibration:

Prepare stock solutions with a final concentration of 50 mg/l from the ready-made single element standards (original concentration 1 g/l) and 5 ml hydrochloric acid 30% Suprapur / 100 ml volume. The stock solutions can be single or multi-element (by chemical compatibility) solutions. The calibration standard solutions are prepared from these stock solutions. The calibration standards must have element concentrations which correspond to the element contents of the samples to be measured.

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

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

Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomemissionsspektrometrie (ICP-AES)

Die Blindlösung besteht aus dest. Wasser und Salzsäure 30 % SUPRAPUR (5ml/100 ml). 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. Die Durchführung des „Auto Search“ erfolgt durch Zerstäuben einer entsprechenden Standardlösung, deren Konzentration (1-10 mg/l) so gewählt werden soll, dass ein deutliches Signal gemessen werden kann. Nun erfolgt die eigentliche Kalibrierung mit den zwei Bezugslösungen, der Blind- und der Standardlösung. Diese Kalibrierung wird durch eine „Checklösung“ kontrolliert, welche ebenfalls aus den Stammlösungen hergestellt wird und deren Elementkonzentration den Elementgehalten in den Proben entsprechen sollte.

Messung:

Bei der eigentlichen Messung werden die gemessenen Intensitäten mit den in der Kalibrierung ermittelten Koeffizienten auf Konzentrationen umgerechnet. Von den Elementen, deren Konzentrationen größer sind als die der Kalibrierstandards, muss eine weitere Messung mit entsprechender Kalibrierung durchgeführt werden. Bei Konzentrationen > 10 mg/l muss die Messung mit Verdünnungen durchgeführt werden.

The blank solution is prepared from distilled water and hydrochloric acid 30 % SUPRAPUR (5ml/100 ml). Before calibrating an „Auto Search“ must be carried out. 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. The „Auto Search“ is carried out by atomizing a suitable standard solution whose concentration (1-10 mg/l) has been chosen in order to provide a clear signal. The calibration itself is carried out using two reference solutions, a blank and the standard solution. The calibration is checked using a „check solution“. This solution prepared from the stock solution should have an element concentration which matches the element contents of the samples.

Measurement:

Using the coefficients determined during calibration the intensities measured can be converted to concentrations. For those elements, whose concentrations are higher than those of the calibration standards, repeat the analysis using a suitable calibration. Carry out sample dilution when the concentrations > 10 g/l.

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

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

Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomemissionsspektrometrie (ICP-AES)

Berechnung

Berechnung bei Aufkonzentrierung:

$$c(\text{real}) \text{ (ppm)} = \frac{c(\text{gemessen})}{\text{Anreicherungsfaktor} \cdot \text{Dichte}}$$

Berechnung bei Verdünnung:

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

Calculation

Calculation by enrichment:

$$c(\text{real}) \text{ (ppm)} = \frac{c(\text{measured})}{\text{enrichment factor} \cdot \text{density}}$$

Calculation by dilution:

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

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"
- Joachim Nölte, ICP Emissionsspektrometrie für Praktiker, Wiley-VCH Verlag GmbH

Anmerkungen

Die Methode basiert auf der internen Analysenmethode WP30.

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"
- Joachim Nölte, ICP Emissionsspektrometrie für Praktiker, Wiley-VCH Verlag GmbH

Remarks

The method is based on the internal analytical method WP30.

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.