

## Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

### Determination of carbon content (total organic carbon)

### Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes (total organic carbon)

#### Allgemeines zur Methode

Da die im Wasserstoffperoxid als organische Substanz vorliegende Kohlenstoffmenge gering ist, wird, um die Anwendung zu großer Mengen zu vermeiden, zweckmäßig ein Mikroverfahren angewandt. Überführung des organischen Kohlenstoffs in CO<sub>2</sub> mit anschließender IR-Detektion. Zur Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes wird ein automatisch arbeitendes Gerät der Firma Analytik Jena verwendet. TOC = Summe organisch gebundener Kohlenstoff

#### Geräte

- Multi N/C 2000 von Analytik Jena bestehend aus:  
Stand alone-Gerät mit Probengeber APG 60  
Drucker

#### Reagenzien

- Wasserstoffperoxid
- Dest. Wasser - über eine Quarzdestillation aufbereitetes Wasser
- Phosphorsäure 40 % chem. rein
- Kaliumhydrogenphthalat - 47,04 % Kohlenstoff
- Synthetische Luft - 4 - 6 bar

#### 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

Since the amount of carbon in hydrogen peroxide is low, a micro procedure is used, which avoids large sample quantities. The organic carbon is converted into CO<sub>2</sub> and then detected with IR. For the determination of the carbon content an automatic instrument from the Analytik Jena company is used. TOC = total organic carbon

#### Equipment

- Multi N/C 2000 from Analytik Jena consisting of:  
Stand alone-instrument with sampler APG 60  
printer

#### Reagents

- hydrogen peroxide
- dest. Water - prepared in quartz distillation apparatus
- phosphoric acid 40 % chemically pure
- potassium hydrogen phthalate - 47,04 % carbon
- synthetic air - 4 - 6 bar

#### 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.

## Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

### Determination of carbon content (total organic carbon)

### Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes (total organic carbon)

#### Durchführung

- Dünne Kanüle einbauen, falls erforderlich.
- Gerät einschalten, Probengeber einschalten, Gas öffnen, Eingabe: „Passwort“ ↵ **ok**, Gerät initialisieren, **ja** → Hauptbildschirm
- Kalibrierung
- Messung starten
- Methode laden
- Benutzer-Anmeldung
- Menu
- Beenden
- **Kalibrierung**: nach Katalysatorwechsel (siehe Betriebsanleitung Kapitel 9.7 S.99)
- **Methode laden**, z. B. TOC\_TN, Kalibrierparameter
  - • Kalibrierung mit konstantem Probenvolumen
  - ° Kalibrierung mit konstanter Konzentration
- Proben-Anzahl = Zahl der Kalibrierlösungen
- auf Seite 2 Konzentrationen eingeben
- Beispiel: 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 200, 400, 600, 800 und 1000 mg/l TOC
- Herstellung aus Kaliumhydrogenphthalat C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>KO<sub>4</sub> (2.1254 g/l = 1000 mg/l TOC)
- bestücken des Probenwechslers und starten
- Kalibrierkanal TC 500 ppm mit 5 – 80 mg/l
- Kalibrierkanal TC 10000 ppm mit 80 – 1000 mg/l
- Übernahme der Kalibrierung
- Verknüpfen mit Methode **ja**
- Vor den Messungen prüfen, ob die dünne Nadel eingesetzt ist, falls nicht, einsetzen und neu justieren (siehe Betriebsanleitung Kapitel 9.10, Seite 112)
- Standard mit 400 mg/l TOC (212,2 mg Kaliumhydrogenphthalat / 250 ml) in Pos. 1 des Probenracks
- Über **Messung starten** Analysetabelle z. B. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> oder über **Ändern** eine bestehende Tabelle öffnen. Hier werden die Analysen eines Monats gespeichert.

#### Procedure

- Attach thin needles (cannula) if necessary.
- Switch on instrument, switch on automatic sampler, open gas, enter: „Password“ ↵ **ok**, initialise instrument, **yes** → Main screen
- Calibration
- Start measurement
- Load method
- User log-in
- Menu
- End
- **Calibration**: after catalyst replacement (see equipment instructions capital 9.7 S.99)
- **Load Method**, e.g. TOC\_TN, calibration parameters
  - • calibration with constant sample volume
  - ° calibration with constant concentration
- Number of samples = number of calibration solutions.
- On page 2 enter concentrations
- Example: 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 200, 400, 600, 800 and 1000 mg/l TOC
- Prepare from potassium hydrogenphthalate C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>KO<sub>4</sub> (2.1254 g/l = 1000 mg/l TOC)
- Place samples on the automatic sampler and start
- Calibration channel TC 500 ppm with 5-80 mg/l
- Calibration channel TC10000 ppm with 80-1000 mg/l
- Accept the calibration
- Link with method **yes**
- Before measurement check whether the thin needle is deployed, if not, insert and align again (see equipment instructions capital 9.10, page 112)
- Standard with 400 mg/l TOC (212:2 mg potassium hydrogenphthalate / 250 ml) in Pos. 1 of the sample rack
- Via **Measurement start** analysis table e.g. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> or via **Change** open an existing table. The analyses for a month are stored here.

## Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

### Determination of carbon content (total organic carbon)

### Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes (total organic carbon)

- über **Start** Probenrack öffnen
- **ja** eine vorhandene Proben-tabelle öffnen, die Proben nach Position im Rack eingeben und Pos. 1 freischalten.
- **Nein** eine neue Proben-tabelle anlegen.
- ° alle Proben mit der aktuellen Methode
- • variable Methode
- Hier können die Proben mit unterschiedlichen Methoden analysiert werden. Dabei ist darauf zu achten, dass für alle verwendeten Methoden der Standard überprüft wird und gegebenenfalls der Tagesfaktor bestimmt wird (siehe unten).
- Bestätigen, Rack-tabelle speichern **ja nein**, bei **ja** einen Namen eingeben, ↵
- Analyse starten mit **Start F2**
- Nach 3 Messungen stoppt das Programm die Gaszufuhr. Nach Freigabe **OK** und Bestätigung **OK** öffnet sich die Proben-tabelle. Liegt die Konzentration für den Standard bei 400 mg/l ± 2% können die Proben freigeschalten und analysiert werden (siehe oben).
- Bei Abweichung von > ±2% wird der Tagesfaktor bestimmt oder aus dem Analysenwert berechnet und eingegeben.

#### Tagesfaktor:

- Standard mit 400 mg/l TOC auf Pos. 1 stellen.
- Über Menu→Messung→Tagesfaktor→•messen→ TC: 400, Ansatzwasser: 0
- Messung starten. Den Faktor übernehmen. Der Tagesfaktor kann auch direkt aus dem Analysenwert des Standards berechnet werden nach:

$$\text{Faktor (neu)} = \frac{\text{Sollwert (mg/g)}}{\text{Analysenwert (mg/g)} * \text{Faktor (alt)}}$$

- Eingeben, ° Messen, ° aktuelle Werte
- Übernehmen eingeben

- Via **Start** open sample rack
- **Yes** opens an existing sample table, enter the samples according to their position in the rack and activate Pos. 1.
- **No** creates a new sample table.
- all samples with the active method
- variable method
- Here samples can be analysed with different methods.
- Pay attention that for all methods used the standard is checked and if necessary the daily factor is determined (see below).
- Confirm, save Rack table **yes no**, if **yes** enter a name, ↵
- Start the analysis with **Start F2**
- The gas supply stops after 3 measurements. After release **OK** and confirmation **OK** the sample table opens. If concentration of the standard is 400mg/l ± 2% the samples can be activated and analysed (see above).
- By deviations of > ±2% determine the daily factor or calculate from the analysis value and enter it.

#### Daily factor:

- Put standard with 400 mg/l TOC on Pos. 1.
- Via Menu→Measurement→Daily factor→•measure→ TC: 400, Water: 0
- Start Measurement. Accept the factor.
- The daily factor can also be directly calculated from the analytical value of the standard according to:

$$\text{Factor (new)} = \frac{\text{Target value (mg/g)}}{\text{Measured value (mg/g)} * \text{Factor(old)}}$$

- Enter, ° Measure, ° Actual value
- Accept enter

## Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

### Determination of carbon content (total organic carbon)

### Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes (total organic carbon)

- ◇ TC 500 ppm .... ◇TC 10000 ppm ....
- ◇ TN
- Über **Messung starten** Analysentabelle z. B. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> oder über **Ändern** eine bestehende Tabelle öffnen, **OK, Start**.
- die zu analysierenden Proben über grünen Pfeil freischalten und Racktabelle mit **OK** verlassen (Button rechts unten)
- Racktabelle speichern **nein**
- Analyse starten mit **Start F2**
- Nach der letzten Probe wird die Gaszufuhr gestoppt. Über **OK, OK** die Gaszufuhr wieder öffnen.
- Ergebnistabelle wird geöffnet
- Über **schließen, Menu, Auswertung** können **Einzel-Protokolle** oder die ganze **Ergebnistabelle** ausgedruckt werden.

#### Berechnung

Das Ergebnis wird direkt in mg/l TOC ausgedruckt.

#### Umwelt/Entsorgung der Chemikalien

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

#### Literaturhinweis

- Betriebsanleitung "Multi N/C 2000" der Fa. Analytik Jena
- Betriebsanleitung "Probenspeicher mit Spritzenantrieb APG 60" der Fa. Analytik Jena
- Produktinformation "Wasserstoffperoxid"

#### Anmerkungen

Die Methode basiert auf der internen Analyse-methode WO30.

- ◇TC 500 ppm .... ◇TC 10000 ppm ....
- TN
- Via **Start Measurement** analytical table e.g. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> or via **Change** open an existing table, **OK, Start**
- Via the green arrow activate the samples to be analysed and leave Rack table with **OK** (Button lower right)
- Save Rack table no
- Start analysis with **Start F2**
- After the last sample stop the gas supply. Via **OK, OK** open the gas supply again
- Results table opens
- Via **Shut, Menu, Calculation** the **Individual-Protocols** or the whole Results table can be printed out.

#### Calculation

The result is printed out directly in mg/l TOC

#### Environment/Disposal of Chemicals

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

#### Literature

- Instructions "Multi N/C 2000" from the company Analytik Jena
- Instructions "Probenspeicher mit Spritzenantrieb APG 60 (sample memory with injection drive)" from the company Analytik Jena
- Product information "Hydrogen Peroxide"

#### Remarks

The method is based on the internal analytical method WO30.

---

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.