

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

Determination of hydrogen peroxide stability (96°C for 16 hours)

Bestimmung der Zersetzung von Wasserstoffperoxid (16 Stunden bei 96°C)

Allgemeines zur Methode

Diese Methode dient zur Bestimmung der Stabilität von Wasserstoffperoxid. Die Wasserstoffperoxidlösung wird während 16 h bei 96°C gelagert. Der Gehaltsverlust während der Lagerung stellt die Zersetzungsrate dar. Der Gehalt an Wasserstoffperoxid vor und nach der Temperaturbehandlung wird mit Kaliumpermanganatlösung in saurem Medium nach folgender Gleichung bestimmt:



Die Titration kann manuell oder automatisch mit Titrationsgeräten erfolgen.

Geräte

- Analysenwaage
- Titriergeräte
- Wasserbad 96°C ± 1°C mit Temperaturschreiber
- Thermostat

Reagenzien

- Wasserstoffperoxid
- Reinstwasser - über Osmose und Ionenaustauscher aufbereitetes Trinkwasser
- Schwefelsäure c(H₂SO₄) ~ 2,5 mol/l
- Kaliumpermanganat-Lösung c(KMnO₄) = 0,05 mol/l

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

This method describes the determination of hydrogen peroxide stability. The hydrogen peroxide solution is stored at 96°C for 16h. The content loss during storage depicts the decomposition rate. The hydrogen peroxide content before and after temperature treatment is determined with potassium permanganate in acidic solution according to following equation:

The titration can be carried out manually or when using modern titration equipment, automatically.

Equipment

- analytical balance
- titration equipment
- water bath 96°C±1°C with temperature measurement
- thermostat

Reagents

- hydrogen peroxide
- high purity water - osmosis and ion exchange treated drinking water
- sulphuric acid c(H₂SO₄) ~ 2.5 mol/l
- potassium permanganate solution c(KMnO₄) = 0.05 mol/l

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 hydrogen peroxide stability (96°C for 16 hours)

Bestimmung der Zersetzung von Wasserstoffperoxid (16 Stunden bei 96°C)

Durchführung

Zur Bestimmung der Zersetzung werden jeweils 50 ml der zu untersuchenden H₂O₂-Probe in 3 verschiedene 100 ml-Messkolben pipettiert. Zur Vermeidung von Verlusten durch Verdunsten wird eine Glaskappe aufgesetzt. Ein Kolben wird zur Bestimmung des Anfangsgehaltes bei Raumtemperatur gelagert. Die zwei anderen Kolben, zur Bestimmung des Endgehaltes, setzt man während 16 Stunden in ein Wasserbad von 96°C. Anschließend kühlt man alle Messkolben in einem Wasserbad auf 20°C ab, füllt mit dest. Wasser auf Volumen und bestimmt den Wasserstoffperoxid-Gehalt. In ein Titrierglas werden 50 ml Schwefelsäure c(H₂SO₄) ~ 2,5 mol/l vorgelegt und die H₂O₂-Probe auf der Analysenwaage eingewogen. Die Einwaage erfolgt über eine mit H₂O₂ gefüllte Einmalspritze, welche auf der Waage auf Null tarieren und nach der Abgabe der H₂O₂-Menge in das Titrierglas zurückgewogen wird. Die Einwaage muss so gewählt werden, dass der Buretteinhalt von 50 ml Kaliumpermanganatlösung c(KMnO₄) = 0,05 mol/l für die Titration ausreicht, aber möglichst gut ausgenutzt wird

Einwaagemengen:

H₂O₂ 30 - 35 % ca. 0,6g

H₂O₂ 50 % ca. 0,5g

H₂O₂ 70 - 90 % ca. 0,4g

Bei der potentiometrischen Bestimmung wird der Endpunkt mit einer Redoxelektrode (Platintitrode) ermittelt. Bei visueller Titration wird die Probe unter gutem Rühren mit Kaliumpermanganatlösung c(KMnO₄) = 0,05 mol/l titriert, bis eine feine Rotfärbung einige Zeit bestehen bleibt. Das Gefäß mit der Kaliumpermanganatlösung muss zur genauen Temperatureinhaltung zusätzlich in einem Thermostaten bei 20°C aufbewahrt werden. Vor Beginn der Titration muss das Gefäß geschüttelt werden. Der Faktor der Kaliumpermanganatlösung muss genau bekannt sein, oder mit di-Natriumoxalat (Ursubstanz) bestimmt werden.

Procedure

For the determination of the decomposition 50 ml of the hydrogen peroxide sample are pipetted into each of three 100 ml flasks. To avoid loss by evaporation the flasks are covered but not tightly closed with glass caps. One flask is stored at room temperature and is used to determine the initial hydrogen peroxide content. The other 2 flasks for the determination of the final content are placed in a water bath at 96°C for 16 hours. Afterwards all flasks are cooled in a water bath to 20°C, filled up to the 100 ml mark with distilled water and their hydrogen peroxide contents determined. Place 50 ml sulphuric acid c(H₂SO₄) ~ 2.5 mol/l in a titration flask. Fill a single-use syringe with H₂O₂, place it on an analytical balance, tare the balance to zero then add the H₂O₂-sample to the flask containing the sulphuric acid. Now weigh the used syringe again. Note the H₂O₂-sample weight. Choose the H₂O₂-sample weight so that the burette content of 50 ml potassium permanganate c(KMnO₄) = 0.05 mol/l is sufficient with little residue.

Sample weights:

H₂O₂ 30 - 35 % ca. 0.6g

H₂O₂ 50 % ca. 0.5g

H₂O₂ 70 - 90 % ca. 0.4g

The end point of the potentiometric determination is determined using a redox electrode (platinum titrode). In the visual method the sample is titrated under constant stirring against potassium permanganate c(KMnO₄) = 0.05 mol/l until a fine red colouration persists. Using a thermostat maintain the temperature of the flask containing the potassium permanganate solution at 20°C. Before beginning the titration shake the flask. The factor (f) of the potassium permanganate solution must be known exactly or determined using a sodium oxalate standard.

Analytical Methods for Hydrogen Peroxide

Determination of hydrogen peroxide stability (96°C for 16 hours)

Bestimmung der Zersetzung von Wasserstoffperoxid (16 Stunden bei 96°C)

Berechnung

Berechnung H₂O₂-Gehalt:

$$\text{H}_2\text{O}_2, \% \text{ (w/w)} = \frac{V \cdot f \cdot 0,425175}{E}$$

V = Verbrauch [ml] Kaliumpermanganatlösung
 mit c(KMnO₄) = 0,05 mol/l
 f = Faktor Kaliumpermanganatlösung
 E = Einwaage [g]

$$\text{Zersetzung, \%} = \frac{(\text{Anfangsgehalt} - \text{Endgehalt}) \cdot 100}{\text{Anfangsgehalt}}$$

Umwelt/Entsorgung der Chemikalien

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

Anmerkungen

Die Methode basiert auf der internen Analysenmethode WM21.

Literaturhinweis

- Gerätebeschreibung der Hersteller
- Produktinformation "Wasserstoffperoxid"
- Vogel's, "Textbook of Quantitative Chemical

Calculation

Calculation of H₂O₂-content:

$$\text{H}_2\text{O}_2, \% \text{ (w/w)} = \frac{V \cdot f \cdot 0,425175}{E}$$

V = volume [ml] of titrant potassium permanganate solution with c(KMnO₄) = 0.05 mol/l
 f = factor of potassium permanganate solution
 E = weight of sample [g]

$$\text{Decomposition, \%} = \frac{(\text{initial} - \text{final content}) \cdot 100}{\text{initial content}}$$

Environment/Disposal of Chemicals

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

Remarks

The method is based on the internal analytical method WM21.

Literature

- Manufacturer equipment description
- Product information "Hydrogen Peroxide"
- Vogel's, "Textbook of Quantitative Chemical

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.