

# Fotometrische Gehaltsbestimmung niedrig konzentrierter Peressigsäuren mit ABTS

## ALLGEMEINES ZUR METHODE

Die fotometrische Gehaltsbestimmung mit ABTS wird vorzugsweise für niedrig konzentrierte Peressigsäure-produkte angewendet (z.B. PERACLEAN® 0,1 und PERACLEAN® 0,4).

ABTS wird durch Peressigsäure selektiv zu einem intensiv grün gefärbten Radikalkation oxidiert. Im Bereich von 0,2 – 10 mg/l Peressigsäure steht die, mit einem Spektralfotometer gemessene Extinktion, in einer linearen Beziehung zur Peressigsäurekonzentration. Das Absorptionsspektrum erlaubt eine Bestimmung bei verschiedenen Wellenlängen. In dieser Methode wird die Bestimmung bei 405nm beschrieben. Für die Bestimmung wird ein handelsübliches Spektralfotometer mit einem 405nm Filter benötigt.

## GERÄTE

- Analysenwaage
- Spektralfotometer mit 405nm Filter
- 1cm Küvetten
- Messkolben 10ml, 100ml, 200ml, 500ml und 1000ml
- Mikroliterpipetten für 500µl, 1000µl, 1500µl, 2000µl, Mikroliterspitzen
- Vollpipetten, 10ml

## REAGENZIEN

- Peressigsäure (Testsubstanz)
- 2,2-Azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) diammonium salt (ABTS) – Lösung  
c(ABTS) = 1 g/l
- Essigsäurelösung p.a. c(CH<sub>3</sub>COOH) = 1 mol/l
- Kaliumiodidlösung p.a. c(KI) = 100 mg/l
- PERACLEAN® 15 (zur Herstellung einer Kalibrierlösung)
- Reinstwasser (über Osmose und Ionenaustauscher aufbereitetes Trinkwasser)

## BESONDERE SICHERHEITSHINWEISE

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

## BESONDERE UMGEBUNGS- UND VERFAHRENSBEDINGUNGEN

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

# Fotometrische Gehaltsbestimmung niedrig konzentrierter Peressigsäuren mit ABTS

## DURCHFÜHRUNG

### Ermitteln des Umrechnungsfaktors von Extinktion auf Konzentration (Kalibrierung):

#### Einpunktkalibrierung (Schnellmethode)

Zur Herstellung einer Vorverdünnung werden 10ml Peressigsäure 15%ig (z.B. PERACLEAN® 15) mittels Vollpipette in einen 500ml Messkolben pipettiert und anschließend mit Reinstwasser auf Marke aufgefüllt. Direkt nach der Herstellung wird eine Bestimmung des Peressigsäuregehalts  $C_1$  durchgeführt.

Die Gehaltsbestimmung erfolgt durch Titration. Bei der Titrationsmethode handelt es sich um eine zweistufige Methode, bei der zuerst der Wasserstoffperoxidgehalt bestimmt wird, direkt gefolgt von der Bestimmung des Peressigsäuregehaltes. Der Wasserstoffperoxidgehalt wird im weiteren Verlauf der Kalibrierung nicht mehr benötigt. Der Peressigsäuregehalt  $C_1$  wird in mg/l berechnet. Die vollständige Berechnungsformel ist in der Beschreibung der Titrationsmethode hinterlegt. Wird die Analyse entsprechend dieser Methode ausgeführt, so müssen für die zweistufige Titration der Vorverdünnung 10ml als Probevolumen eingesetzt werden (LITERATURHINWEIS am Ende dieses Dokuments beachten!).

Zur Herstellung der benötigten Kalibrierlösung werden 1,5ml (1500µl) der Vorverdünnung mit einer Pipette entnommen und quantitativ in einen 500ml Messkolben überführt. Anschließend wird der Messkolben mit Reinstwasser auf Marke aufgefüllt. Zur Ermittlung des Kalibrierfaktors wird mit dieser Lösung die auf der folgenden Seite beschriebene fotometrische Messung durchgeführt. Beachten Sie dabei die Reihenfolge der Arbeitsschritte genau! Als Messwert erhält man die Extinktion  $E_1$ .

Aus dem titrierten Peressigsäuregehalt der Vorverdünnung  $C_1$  [mg/l] und der gemessenen Extinktion der Kalibrierlösung  $E_1$  wird der Umrechnungsfaktor  $F$  (PES) wie folgt berechnet:

$$\text{Umrechnungsfaktor } F \text{ (PES)} = \frac{C_1 \text{ [mg/l]}}{E_1 * 333,33}$$

Der komplette Vorgang sollte mindestens 3x wiederholt werden. Jede Verdünnung muss sorgfältig angesetzt werden. Titration bzw. fotometrische Messung müssen sofort nach dem Ansetzen der jeweiligen Verdünnung durchgeführt werden. Der Umrechnungsfaktor muss für jedes verwendete Fotometer eigens erstellt werden.

#### Mehrpunktkalibrierung (Erstellung einer Kalibriergeraden)

Soll der gesamte Messbereich der Methode von 0,2 - 10 mg/l Peressigsäure genutzt werden, so ist die Mehrpunktkalibrierung die geeignete Vorgehensweise.

Hierfür kann die Kalibrierlösung, die für die Einpunktkalibrierung hergestellt wurde, mehrfach weiter verdünnt werden (z.B. 1:3 und 1:2 und 1:1 und 2:1 und 3:1). Von jeder Verdünnung wird direkt anschließend, die auf der folgenden Seite beschriebene fotometrische Messung durchgeführt. Aus den gemessenen Extinktionen und den berechneten Peressigsäurekonzentrationen der einzelnen Verdünnungen kann eine Kalibriergerade erstellt und schließlich der Umrechnungsfaktor für den gesamten Messbereich ermittelt werden.

Der komplette Vorgang sollte mindestens 2x wiederholt werden. Alle Verdünnungen sollten sorgfältig hergestellt werden, die Messungen müssen sofort nach dem Ansetzen erfolgen. Kalibriergerade und Umrechnungsfaktor müssen für jedes verwendete Fotometer eigens ermittelt werden

# Fotometrische Gehaltsbestimmung niedrig konzentrierter Peressigsäuren mit ABTS

## Fotometrische Bestimmung des Peressigsäuregehaltes mit ABTS:

### Verdünnung der zu messenden Peressigsäureprobe

Um bei der Gehaltsbestimmung niedrig konzentrierter PERACLEAN® Produkte in den Messbereich der ABTS-Methode zu gelangen, ist eine Vorverdünnung der Proben notwendig. Diese Verdünnung sollte eine Peressigsäurekonzentration von vorzugsweise 2-10 mg/l aufweisen. Die gemessenen Extinktionen liegen dann im Bereich von etwa 0,2 – 0,8. Es sollte darauf geachtet werden, dass die Extinktion immer < 1 ist.

Grundsätzlich können mit der Methode Peressigsäuregehalte von 0,2 – 10 mg/l gemessen werden.

Für die Herstellung der Verdünnung wird eine definierte Menge der Probe auf der Analysenwaage abgewogen und quantitativ in einen entsprechenden Messkolben überführt. Der Messkolben wird mit Reinstwasser auf Marke aufgefüllt, die Einwaage wird auf 0,1mg genau notiert (Probeneinwaage).

Für niedrige konzentrierte PERACLEAN® Produkte werden folgende Einwaagen bzw. Verdünnungen empfohlen:

PERACLEAN® 0,1	500 mg im Messkolben auf 100 ml verdünnen (200-fach)
PERACLEAN® 0,25	200 mg im Messkolben auf 100 ml verdünnen (500-fach)
PERACLEAN® 0,4	100 mg im Messkolben auf 100 ml verdünnen (1000-fach)
PERACLEAN® 1 Foam	100 mg im Messkolben auf 200 ml verdünnen (2000-fach)

### Fotometrische Messung

In einem sauberen 10 ml Messkolben wird 1 ml (1000µl) der verdünnten Peressigsäureprobe vorgelegt.

Nacheinander werden 2 ml der Essigsäurelösung, 0,5 ml der Kaliumiodidlösung und 1 ml der ABTS-Lösung zugegeben. Der Messkolben wird mit Reinstwasser auf 10 ml aufgefüllt und gut durchmischt.

Nach 15 Minuten Reaktionszeit, wird die inzwischen grün gefärbte Probelösung in eine 1cm Küvette überführt und in die Messzelle des Fotometers gesetzt. Anschließend wird die Extinktion bei 405nm gemessen und der Messwert notiert  $E$  (Probe).

Zur Ermittlung des erforderlichen Nullwertes muss außerdem eine Blindprobe gemessen werden. Die Herstellung der Blindprobe erfolgt auf exakt die gleiche Weise, jedoch ohne Zugabe von Peressigsäurelösung (Chemikalien-blindwert). **Die fotometrische Messung der Blindprobe (Nullwert) muss vor der Messung der Peressig-säureprobe durchgeführt werden (Hinweise des Geräteherstellers beachten!).**

# Fotometrische Gehaltsbestimmung niedrig konzentrierter Peressigsäuren mit ABTS

## BERECHNUNG

$$\text{Peressigsäure [mg/kg]} = \frac{E (\text{Probe}) * F (\text{PES}) * V \text{ Messkolben [ml]} * 1000}{\text{Probeneinwaage [mg]}}$$

$$\text{Peressigsäure [Gew\%]} = \frac{E (\text{Probe}) * F (\text{PES}) * V \text{ Messkolben [ml]}}{\text{Probeneinwaage [mg]} * 10}$$

## UMWELT/ENTSORGUNG DER CHEMIKALIEN

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

## LITERATURHINWEIS

- Peressigsäure Produktinformation, z.B. PERACLEAN® 15
- Bestimmung der Konzentration von Wasserstoffperoxid und Peressigsäure durch Titration (Analytische Methode für Peressigsäuren)
- Gerätebeschreibungen der Hersteller
- The Analyst, June 1997, Vol. 122 (567-571), Ulrich Pinkernell, Hans-Joachim Lüke, Uwe Karst Westfälische Wilhelms-Universität, Münster, Germany  
"Selective Photometric Determination of Peroxycarboic Acids in the Presence of Hydrogen Peroxide".

## ANMERKUNGEN

Die Methode basiert auf der internen Analysenmethode PA-198 [609/PM13].

Unsere Informationen entsprechen unseren heutigen Kenntnissen und Erfahrungen nach unserem besten Wissen. Wir geben sie jedoch ohne Verbindlichkeit weiter. Änderungen im Rahmen des technischen Fortschritts und der betrieblichen Weiterentwicklung bleiben vorbehalten. Unsere Informationen beschreiben lediglich die Beschaffenheit unserer Produkte und Leistungen und stellen keine Garantien dar. Der Abnehmer ist von einer sorgfältigen Prüfung der Funktionen bzw. Anwendungsmöglichkeiten der Produkte durch dafür qualifiziertes Personal nicht befreit. Dies gilt auch hinsichtlich der Wahrung von Schutzrechten Dritter. Die Erwähnung von Handelsnamen anderer Unternehmen ist keine Empfehlung und schließt die Verwendung anderer gleichartiger Produkte nicht aus.

**Evonik Operations GmbH**  
Active Oxygens  
Rodenbacher Chaussee 4  
63457 Hanau, Germany  
TELEFON +49 6181 59-3294  
FAX +49 6181 59-73294  
[www.active.oxygens.com](http://www.active.oxygens.com)

**FUTURIZE PEROXIDE**  
The peroxide experts at Evonik