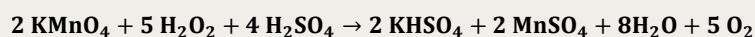


# Bestimmung der Zersetzung von Wasserstoffperoxid (16 Stunden bei 96°C)

## ALLGEMEINES ZUR METHODE

Diese Methode beschreibt die Bestimmung der Zersetzungsrate von Wasserstoffperoxid durch 16 Stunden Temperierung bei 96°C. Durch die andauernde Erhitzung verringert sich allmählich die Konzentration des Wasserstoffperoxids. Die Zersetzungsrate gibt die relative Abnahme der Wasserstoffperoxidkonzentration nach 16 Stunden bei 96°C an. Der Wasserstoffperoxidgehalt der zu untersuchenden Probe muss daher vor und nach der Temperaturbehandlung genau bestimmt werden. Die Bestimmung erfolgt durch Titration mit Kaliumpermanganat in schwefelsauer Lösung und verläuft nach folgender Reaktionsgleichung:



Die Endpunkterkennung erfolgt üblicherweise potentiometrisch mit Hilfe einer Redoxelektrode in Kombination mit einem Titrationsautomaten. Alternativ kann die Titration auch manuell durchgeführt werden. In diesem Falle erfolgt die Endpunkterkennung visuell (Probelösung färbt sich rosa).

## GERÄTE ALLGEMEIN

- Thermostat mit Wasserbad (96°C ± 1°C)
- Analysenwaage
- Messkolben, 100ml
- Glaskappen zum Abdecken der Messkolben
- Pipetten, 50ml
- Bechergläser (Titrierbecher), 250ml
- Erlenmeyerkolben, 300ml (nur bei manueller Titration)
- Einmalspritzen, 1ml
- Dispenser oder Messzylinder, 50ml

## TITRATIONSGERÄTE

- Titrationsautomat mit einer geeigneten Methode zur potentiometrischen Titration von Wasserstoffperoxid mit Kaliumpermanganat
- Dosiereinheit mit einem 50ml Braunglaszylinder und einer Vorratsflasche für die Titrationslösung (KMnO<sub>4</sub>)
- Dosimat oder 50ml Bürette (nur bei manueller Titration)
- Platin-Redoxelektrode oder Pt-Titrode
- Thermostat mit Wasserbad (20°C)

## REAGENZIEN

- Wasserstoffperoxid (Testsubstanz)
- Schwefelsäure p.a. c(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) ~ 2,5 mol/l
- Kaliumpermanganatlösung c(KMnO<sub>4</sub>) = 0,05 mol/l (Titer 1,000 ± 0,002)
- Reinstwasser (über Osmose und Ionenaustauscher aufbereitetes Trinkwasser)

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

## 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.

## DURCHFÜHRUNG

Zur Bestimmung der Zersetzung werden jeweils 50 ml der zu untersuchenden Wasserstoffperoxidprobe in 3 verschiedene 100ml Messkolben pipettiert. Zur Vermeidung von Verlusten durch Verdunsten wird auf jeden Messkolben eine Glaskappe aufgesetzt. Ein Messkolben bleibt für die nächsten 16 Stunden bei Raumtemperatur (RT) stehen. Die zwei anderen Kolben (Doppelbestimmung) werden für die nächsten 16 Stunden in ein 96°C heißes Wasserbad gestellt. Nach Ablauf der 16 Stunden werden alle 3 Messkolben genommen und in einem weiteren Wasserbad auf 20°C temperiert. Abschließend werden sie mit Reinstwasser auf die 100ml Marke aufgefüllt und von jedem Kolben der Wasserstoffperoxidgehalt bestimmt (Anfangs- und Endgehalt).

Dafür werden in einem Titrierbecher 50ml der Schwefelsäure vorgelegt. Zur Einwaage jeder Wasserstoff-peroxidprobe wird eine Einmalspritze mit der Probe befüllt und anschließend auf einer Analysenwaage auf Null tariert. Aus der tarierten Spritze werden einige Tropfen der Probe in den Titrierbecher gegeben und die Spritze danach auf der Waage zurückgewogen. Die Einwaage wird auf 0,0001g genau notiert oder wenn möglich, direkt an das Titriergerät übermittelt. Nach der Einwaage werden der Probelösung noch 50ml Reinstwasser hinzugefügt. Aus jedem Messkolben sollte eine Doppelbestimmung erfolgen.

Die Einwaage sollte so gewählt werden, dass das Volumen des Dosierzylinders der Kaliumpermanganatlösung für die Titration ausreicht, bzw. optimal genutzt wird. Ein wiederholtes Befüllen des Zylinders während einer Titration sollte vermieden werden.

Einwaagen Titration Zersetzungstest:

H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% - 35%:            0,5g – 0,6g

H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 50%:                    0,4g – 0,5g

H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 70% - 90%:            0,3g – 0,4g

Bei der potentiometrischen Bestimmung wird der Endpunkt mit Hilfe einer Redoxelektrode (z.B. Platin-Titrode) ermittelt. Dazu wird das Becherglas mit der vorbereiteten Probelösung auf einem Magnetrührer oder im Probenwechsler eines Titriergerätes platziert. Die Elektrode und die Dosierspitze der Kaliumpermanganatlösung werden in die Probelösung eingetaucht. Anschließend wird die entsprechende Titrationsmethode gestartet und die Probe unter Rühren mit der Kaliumpermanganatlösung c(KMnO<sub>4</sub>) = 0,05 mol/l titriert.

Bei entsprechender Vorgabe in der Titrationsmethode wird das Ergebnis vom Gerät errechnet und dokumentiert, ansonsten kann nach untenstehender Formel berechnet werden.

Bei manueller Titration mit visueller Endpunkterkennung, wird die vorbereitete Probelösung mit der Kaliumpermanganatlösung c(KMnO<sub>4</sub>) = 0,05 mol/l unter ständigem Rühren oder Schwenken soweit titriert, bis eine feine Rosafärbung für mindestens 30 Sekunden bestehen bleibt.

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

Das Vorratsgefäß mit der Kaliumpermanganatlösung sollte zur genauen Temperatureinhaltung (20°C) in einem Thermostaten gelagert werden.

Der Titer der Kaliumpermanganatlösung muss genau bekannt sein (Zertifikate der Hersteller beachten!).

Ist dies nicht der Fall, muss eine Faktorbestimmung mit di-Natriumoxalat (Urtilersubstanz) durchgeführt werden.

### BERECHNUNG

**Wasserstoffperoxidkonzentration nach 16h bei RT und nach 16h bei 96°C (Anfangs – und Endgehalt):**

$$\text{Wasserstoffperoxid [Gew\%]} = \frac{V * f * 0,425175}{E}$$

V = für die Titration verbrauchtes Volumen Kaliumpermanganatlösung  $c(\text{KMnO}_4) = 0.05 \text{ mol/l}$  [ml]

f = Titer (Faktor) der Kaliumpermanganatlösung

E = Einwaage der Wasserstoffperoxidprobe [g]

### Bestimmung der Zersetzungsrate:

$$\text{Zersetzung [\%]} = \frac{(\text{Anfangsgehalt} - \text{Endgehalt}) * 100}{\text{Anfangsgehalt}}$$

Anfangsgehalt = Wasserstoffperoxidkonzentration ohne Temperaturbehandlung (16h bei RT) [%]

Endgehalt = Wasserstoffperoxidkonzentration nach Temperaturbehandlung (16h bei 96°C) [%]

### UMWELT/ENTSORGUNG DER CHEMIKALIEN

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

### LITERATURHINWEIS

- Gerätebeschreibungen der Hersteller
- Produktinformation Wasserstoffperoxid

### ANMERKUNGEN

Die Methode basiert auf der internen Analysenmethode WM21.

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