

Bestimmung der Konzentration von Wasserstoffperoxid durch Titration mit Kaliumpermanganat

ALLGEMEINES ZUR METHODE

Die Methode beschreibt die Bestimmung der Konzentration von Wasserstoffperoxid durch Titration mit Kaliumpermanganat in schwefelsaurer Lösung. Dabei verläuft die Reaktion nach folgender Gleichung:



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

- Analysenwaage
- 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
- Dosimat oder 50ml Bürette (nur bei manueller Titration)
- Pt – Redoxelektrode oder Pt-Titrode
- Thermostat

REAGENZIEN

- Wasserstoffperoxidlösung (Testsubstanz)
- Schwefelsäure p.a. $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \sim 2,5 \text{ mol/l}$
- Kaliumpermanganatlösung $c(\text{KMnO}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$ (Titer $1,000 \pm 0,002$)
- 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.

Bestimmung der Konzentration von Wasserstoffperoxid durch Titration mit Kaliumpermanganat

DURCHFÜHRUNG

In einem Titrierbecher werden zuerst 50ml der Schwefelsäure vorgelegt. Zur Einwaage des Wasserstoffperoxids 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.

Die Einwaage sollte so gewählt werden, dass das Volumen des 50ml Dosierzylinders der Kaliumpermanganatlösung für die Titration ausreicht, bzw. optimal genutzt wird. Ein wiederholtes Befüllen des Zylinder während einer Titration sollte vermieden werden.

Einwaagen:

H₂O₂ 30% - 35%: 0,3g – 0,4g

H₂O₂ 50%: 0,2g – 0,3g

H₂O₂ 70% - 90%: 0,1g – 0,2g

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(KMnO₄) = 0,05 mol/l titriert.

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

Bei manueller Titration mit visueller Endpunkterkennung, wird die vorbereitete Probelösung mit der Kaliumpermanganatlösung c(KMnO₄) = 0,05 mol/l unter ständigem Rühren oder Schwenken soweit titriert, bis eine feine Rosafärbung für mindestens 30 Sekunden bestehen bleibt.

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 (Urtitersubstanz) durchgeführt werden.

BERECHNUNG

Berechnung der Wasserstoffperoxidkonzentration in Gewichtsprozent (Massenanteil):

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

V = Volumen der Kaliumpermanganatlösung c(KMnO₄) = 0,05 mol/l, das für die Titration benötigt wurde [ml]

f = Titer (Faktor) der Kaliumpermanganatlösung

E = Einwaage der Wasserstoffperoxidprobe [g]

Bestimmung der Konzentration von Wasserstoffperoxid durch Titration mit Kaliumpermanganat

Berechnung der Wasserstoffperoxidkonzentration in Milligramm pro Liter (mg/l):

Diese Berechnung wird bspw. zur Herstellung einer Kalibrierlösung bei der fotometrischen Bestimmung des Gehaltes verdünnter Wasserstoffperoxidlösungen mit Titanreagenz benötigt.

$$\text{Wasserstoffperoxid [mg/l]} = \frac{V [\text{ml}] * f * 0,425175 * 10000}{E [\text{ml}]}$$

V = Volumen der Kaliumpermanganatlösung $c(\text{KMnO}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$, das für die Titration benötigt wurde [ml]

f = Titer (Faktor) der Kaliumpermanganatlösung

E = Probevolumen [ml]

(bspw. 20ml zur Titration der Vorverdünnung bei der fotometrischen Bestimmung mit Titanreagenz)

UMWELT/ENTSORGUNG DER CHEMIKALIEN

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

LITERATURHINWEIS

- Wasserstoffperoxid Produktinformation
- Fotometrische Bestimmung des Gehaltes verdünnter Wasserstoffperoxidlösungen mit Titanreagenz (Analytische Methode für Wasserstoffperoxid)
- Gerätebeschreibungen der Hersteller

ANMERKUNGEN

Die Methode basiert auf der internen Analysenmethode WM 11.

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

FUTURIZE PEROXIDE
The peroxide experts at Evonik