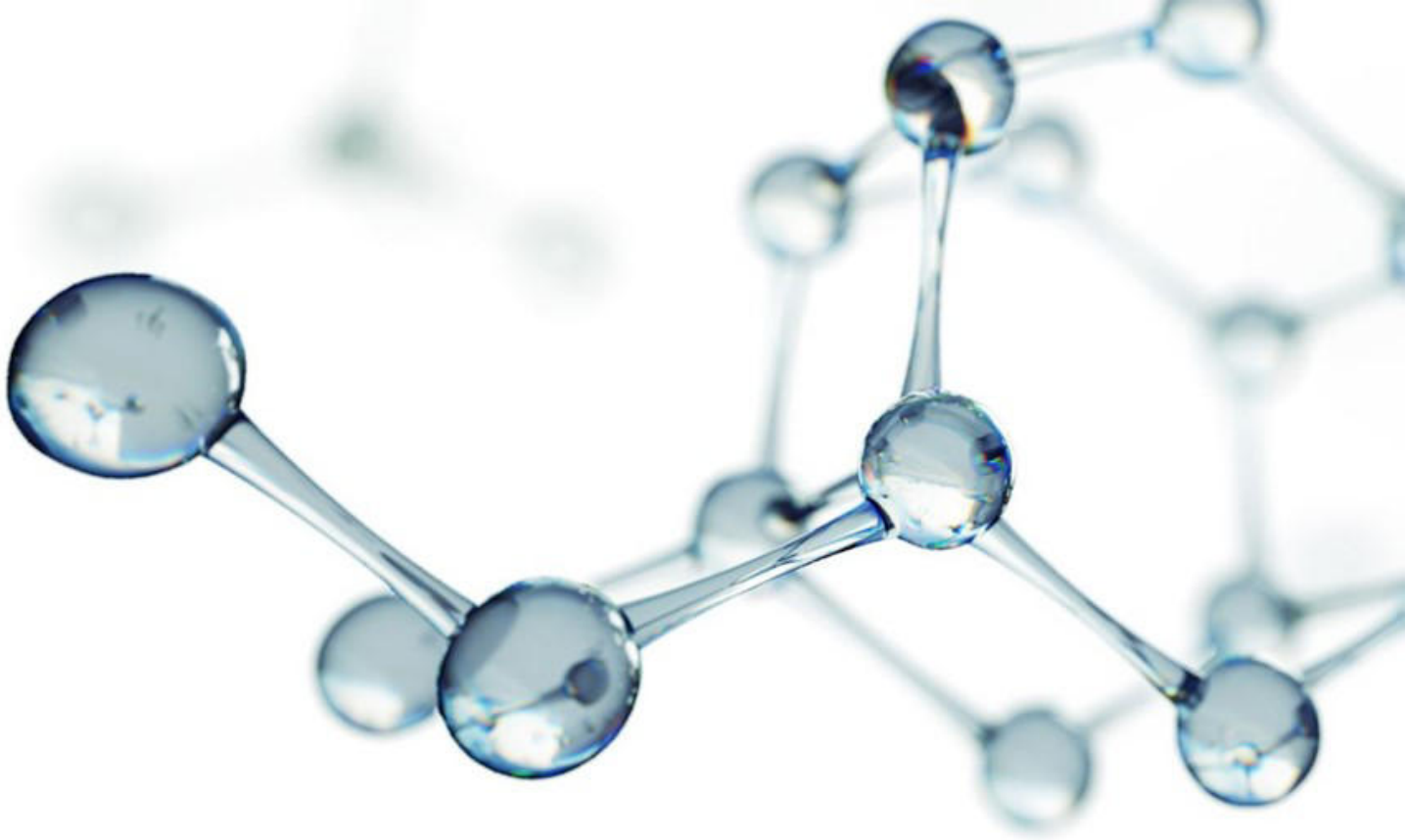




Application Note AN-V-070

Bestimmung von Iodid in Eisessig

Quantifizierung von Iodid mittels kathodischer Stripping-Voltammetrie (CSV) an der HMDE (Hanging Mercury Drop Electrode)

Methyliodid ist ein wichtiger Bestandteil, der die chemischen Reaktionen bei der Herstellung von Eisessig erleichtert. Dadurch erhöht sich jedoch die Wahrscheinlichkeit, dass Jodid in das Endprodukt gelangt. Dies ist problematisch, da die Hersteller Essigsäure häufig als Reagenz für die Herstellung anderer Chemikalien wie bspw. Vinylacetat verwenden. Selbst Spuren von Jodid können die in diesen Prozessen verwendeten Katalysatoren vergiften, was die Kosten erhöht und die Produktqualität beeinträchtigt. Die regelmäßige Bestimmung der Jodid-Konzentration gewährleistet

die gewünschte Qualität der Essigsäure und sichert damit die Zuverlässigkeit verschiedener nachgelagerter industrieller Prozesse.

Die Verwendung der ICP-MS-Technik zur Messung von Jod in Eisessig ist aufgrund von Memory-Effekten, die hohe Hintergrundsignale verursachen, problematisch. Die kathodische Stripping-Voltammetrie (CSV) an der hängenden Quecksilbertropfelektrode (HMDE) ist von dieser Einschränkung nicht betroffen und bietet somit eine robuste, kostengünstige und bequeme Alternative.

PROBE

Eisessig, 99,8%

DURCHFÜHRUNG

Es werden 10 mL Essigsäureprobe und anschließend 2 mL Reinstwasser in das Messgefäß gegeben. Die Bestimmung von Iodid erfolgt mit dem 884 Professional VA (Abbildung 1) unter Verwendung der in Tabelle 1 angegebenen Parameter. Die Konzentration wird durch zwei Zugaben einer Iodid-Standardadditionslösung bestimmt.



Abbildung 1. 884 Professional VA, manuelles Messsystem unter Verwendung der MME pro.

Tabelle 1. Parameter

Parameter	Einstellung
Betriebsart	HMDE
Anreicherungspotential	0,1 V
Anreicherungszeit	30 Sekunden
Startpotential	-0,15 V
Endpotential	-0,5 V
Sweep-Rate	13 mV/s
Peakpotential Jodid	-0,32 V

ELEKTRODEN

- Multi-Mode-Elektrode pro (MME pro)

ERGEBNISSE

Die Methode eignet sich zur Bestimmung von Iodid in Essigsäureproben. Die Nachweisgrenze der Methode (bei einer Anreicherungszeit von 30 s) liegt bei ca. 1 µg/L.

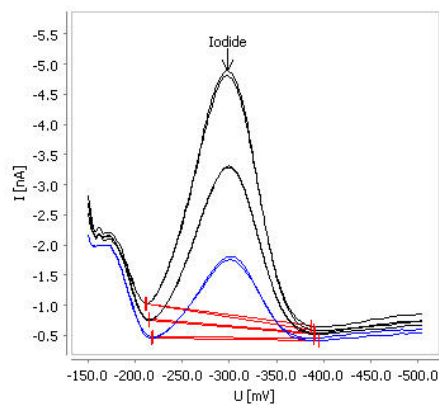


Abbildung 2. Bestimmung von Iodid in Eisessig mit CSV.

Tabelle 2. Ergebnis

Probe	Jodid (µg/L)
Essigsäure	4,85

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



884 Professional VA manual für Multi-Mode-Elektrode (MME)

884 Professional VA manual für Multi-Mode-Elektrode (MME) ist das Einstiegsgerät in die High-End-Spurenanalytik mit Voltammetrie und Polarographie mit der Multi-Mode-Elektrode pro, der scTRACE Gold oder der Bismut-Tropfenelektrode. Die bewährte Metrohm-Elektrodentechnik in Kombination mit einem leistungsfähigen Potentiostaten/Galvanostaten und der extrem flexiblen viva-Software eröffnet neue Perspektiven für die Bestimmung von Schwermetallen. Der Potentiostat mit zertifiziertem Kalibrator justiert sich vor jeder Messung automatisch neu und garantiert höchstmögliche Präzision.

Mit dem Gerät können auch Bestimmungen mit rotierenden Scheibenelektroden durchgeführt werden, zum Beispiel Bestimmungen von organischen Additiven in galvanischen Bädern mit «Cyclic Voltammetric Stripping» (CVS), «Cyclic Pulse Voltammetric Stripping» (CPVS) und Chronopotentiometrie (CP). Der austauschbare Messkopf ermöglicht den schnellen Wechsel zwischen den verschiedenen Applikationen mit unterschiedlichen Elektroden.

Zur Steuerung, Datenerfassung und -auswertung wird die Software **viva** benötigt.

Das 884 Professional VA manual für MME wird mit umfangreichem Zubehör und Messkopf für die Multi-Mode-Elektrode pro geliefert. Elektrodensatz und **viva**-Lizenz sind separat zu bestellen.