



Methodieken

Waterstofperoxyde REVISITED

Een gangbare methode voor het bepalen van waterstofperoxyde is de ook in het FNA analyse voorschrift gebruikte redox titratie met ammoniumceriumIVsulfaat en ferroïne als indicator. Prima, maar je zit dan op het lab wel met een titer-vloeistof extra, die verder op een apotheeklaboratorium vaak weinig andere toepassingen kent. Kortom alle moeite die nodig is om deze cerium-IV titeroplossing te maken en regelmatig van een opnieuw gestelde titer te voorzien, komt vrijwel alleen ten goede aan het produkt waterstofperoxyde 3% g/v FNA.

De wens

Een voor de hand liggende wens is om deze titratie naar een jodometrische titratie om te zetten. Immers natriumthiosulfaat 0,1 N is vaak al op het lab in gebruik voor het bepalen van diverse produkten en grondstoffen.

De harde werkelijkheid

Nu is het probleem dat de omzetting van waterstofperoxyde met jodide tot jodium een zeer slepend reactieverloop te zien geeft. Probeer maar eens bijv 1 ml H₂O₂ 3% g/v met 1 gram KI, 25 ml water en 10 ml 4N zwavelzuur te titreren. Natuurlijk kan men de erlenmeyer een tijdje laten staan, maar dan nog zijn alle problemen niet opgelost. Derhalve ben ik op zoek gegaan naar een katalysator voor de reactie van H₂O₂ met jodide. Het is verbazingwekkend hoe weinig van dit soort basale informatie nog aanwezig is in de boeken die je heden ten dage zoal gebruikt. Zo bood ook 'de blauwe Vogel' geen enkele oplossing in deze richting.

Over spinneweb omhulde boeken

Nu ben ik een bescheiden verzamelaar van oude analytische boekwerkjes en ziet, wonder boven wonder, je komt in dit soort boeken een overvloed van informatie tegen over met name de 'simpele' titraties. Informatie, die welhaast verdwenen lijkt te zijn uit de huidige literatuur. Zo trof ik in 'Die Massanalyse, zweiter Teil' door J.M. Kolthoff, uitgegeven door Julius Springer Verlag, Berlijn 1928, notabene twee katalysatoren aan die voorgenoemde reactie zouden katalyseren, namelijk wolfraamzuur en molybdeenzuur. Kolthoff geeft de voorkeur aan molybdeenzuur, in de vorm van ammoniummolybdaat, en geeft daarbij het volgens zijn schrijven goed functionerende voorschrift.

Het resultaat

Dit resulteerde bij ons in het volgende voorschrift voor het bepalen van H₂O₂ in H₂O₂ 3% g/v FNA (en nog een suiker/polyethylenglycolpasta met H₂O₂):

Pipetteer 1 ml H₂O₂ 3% g/v FNA in een erlenmeyer van 250 ml. Voeg 25 ml water toe. Voeg achtereenvolgens toe:
1 gram KI, 10 ml 4N Zwavelzuur,
5 dr Molybdeenzuurreagens. Zwenk enige sekonden om.

Titreer met 0,1 N natriumthiosulfaat tot lichtgeel, voeg zetmeel indicatoroplossing toe en titreer verder via blauw naar kleurloos. Verbruik is V ml natriumthiosulfaat opl.

1 ml natriumthiosulfaat 0,1 N komt overeen met 1,701 mg H₂O₂.

Bereken het gehalte aan H₂O₂ in de oplossing in mg/ml:

$$\frac{V \times t \times 1.701}{0.1}$$

waarbij t de titer van de natriumthiosulfaat is en V het verbruikte volume aan thiosulfaat.

Het recept van het wondermiddel

Ammoniummolybdaat reagens: Los 1,2 gram ammoniumheptamolybdaat op in 10 ml water. (ca 0,1 M)

Dank U wel, mijnheer Kolthoff.

Ron v. 't Hart

Merwedeziekenhuis Dordrecht.