



Application Note AN-V-070

Determination of iodide in glacial acetic acid

Iodide determination by cathodic stripping voltammetry (CSV) at the HMDE (hanging mercury drop electrode)

Methyl iodide is a key ingredient to facilitate chemical reactions during production of glacial acetic acid. However, this raises the chance of iodide ending up in the final product. This is a problem because manufacturers commonly use acetic acid as a reagent to produce other chemicals, such as vinyl acetate. Even trace amounts of iodide can poison the catalysts used in these processes, increasing costs, and negatively affecting product quality. Regular determination of the iodide concentration ensures

the desired quality of acetic acid, safeguarding the integrity of various downstream industrial processes. Using ICP-MS to measure iodine in glacial acetic acid faces challenges due to memory effects that cause high background signals. Cathodic stripping voltammetry (CSV) at the hanging mercury drop electrode (HMDE) overcomes these limitations and provides a robust, cost-effective, and convenient alternative.

SAMPLE

Glacial acetic acid, 99.8%

EXPERIMENTAL

Add 10 mL acetic acid sample and then 2 mL ultrapure water into the measuring vessel. Carry out the determination of iodide using the 884 Professional VA (Figure 1) and the parameters specified in Table 1. The concentration is determined by two additions of iodide standard addition solution.



Figure 1. 884 Professional VA manual for MME.

Table 1. Parameters

Parameter	Setting
Mode	HMDE
Deposition potential	0.1 V
Deposition time	30 s
Start potential	-0.15 V
End potential	-0.5 V
Sweep rate	13 mV/s
Peak potential iodide	-0.32 V

ELECTRODES

- Multi-Mode Electrode pro

RESULTS

The method is suitable for the determination of iodide in acetic acid samples. The limit of detection of the method (for a deposition time of 30 s) is approximately 1 µg/L.

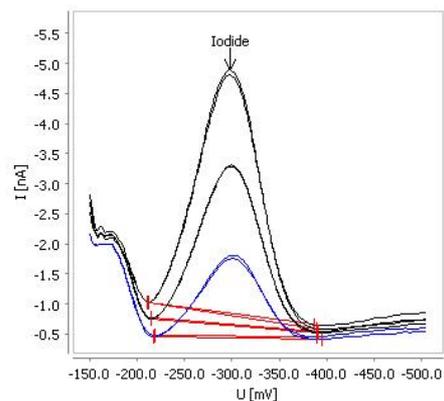


Figure 2. Determination of iodide in glacial acetic acid with CSV.

Table 2. Result

Sample	Iodide (µg/L)
Acetic acid	4.85

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

CONFIGURATION



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-Elektrodenteknik 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.