



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 $\mu\text{g/L}$.

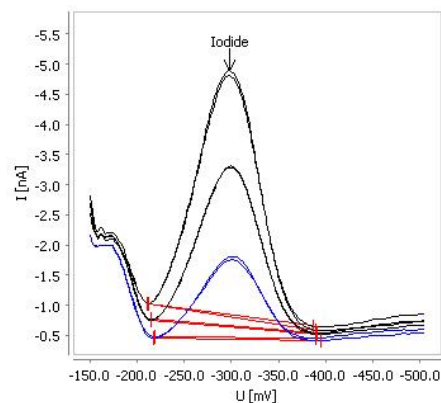


Figure 2. Determination of iodide in glacial acetic acid with CSV.

Table 2. Result

Sample	Iodide ($\mu\text{g/L}$)
Acetic acid	4.85

CONTACT

メトロームジャパン株式会社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

CONFIGURATION



(MME) 884 Professional VA manual

マルチモート電極（MME）のための 884 Professional VA manual は、マルチモート電極 pro、scTRACE Gold または滴下ヒスマス電極を使用したホルタンメトリーおよびホーラロクラフィーによるハイエント微量分析へのエントリーレベル装置です。高性能のホテニョスタット/カルハノスタットと、非常に柔軟な viva ソフトウェアとのコンビネーションにおける熟練した Metrohm の電極技術が重金属の測定に新たな展望を開きます。性能が認証されたキャリフレータの付いたホテニョスタットは、各測定前に自動的に新たに調整を行い、可能な限り高い精度を保証します。

この装置と組み合わせることで、例えばCVS（サイクリックホルタンメトリーストリッピング）、CPVS（サイクリックハルスホルタンメトリーストリッピング）、CP（クロノホテニョメトリー）による電気めっき浴内の有機添加物の測定など、回転ディスク電極による測定を実施することも可能となります。交換可能な測定ヘッドにより、異なる電極を持つ様々なアプリケーション間の迅速な交換が可能となります。

コントロール、データ処理および評価のためにソフトウェア **viva** が必要となります。

884 Professional VA manual MME仕様は、多数の付属品およびマルチモート電極 pro のための測定ヘッドを付属して納品されます。電極セットおよび **viva** ライセンスは別途ご注文ください。