Bestimmung Cyanid und Silber in Galvanikbädern

Beschreibung

Galvanikbäder zum Versilbern enthalten neben Silber meist einen großen Überschuss an Cyaniden. Das Silber liegt als Dicyanoargentat $[Ag(CN)_2]^-$ vor. Freies Cyanid und Silber lassen sich im Alkalischen mit Silbernitrat auf 2 Equivalenzpunkte titrieren. Dabei reagiert das freie Cyanid zunächst zu $[Ag(CN)_2]^-$. Bei weiterer Silbernitrat-Zugabe bildet sich schwer lösliches AgCN. Die Lösung wird nach dem 1. EQ trüb.

$$2\ CN^- + Ag^+ \rightarrow [Ag(CN)_2]^-$$

$$[Ag(CN)_2]^- + Ag^+ \rightarrow 2\ AgCN$$

Geräte

Titrator	TL 7000, TL 7750 oder TL 7800
Elektrode	AgS 62 RG
Kabel	L 1 A
Rührer	Magnetrührer TM 235 oder ähnliche
Laborgeräte	Bechergläser 150 mL
	Magnetrührstab 30 mm

Reagenzien

1	Silbernitrat – Lösung 0,1 mol/L
2	Kaliumhydroxid oder Natriumhydroxid 3 mol/L
3	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

$AgNO_3$ – Lösung 0,1 mol/L

$AgNO_3$ – Lösung 0,1 mol/L ist als fertige Maßlösung erhältlich. Die Titerbestimmung der AgNO3 - Lösung erfolgt wie in der Applikationsschrift „Titerbestimmung von AgNO3“ beschrieben.

Reinigung der Elektrode

Die Elektrode wird mit destilliertem Wasser gereinigt. Für die Lagerung der AgS 62 RG eignet sich dest. Wasser.

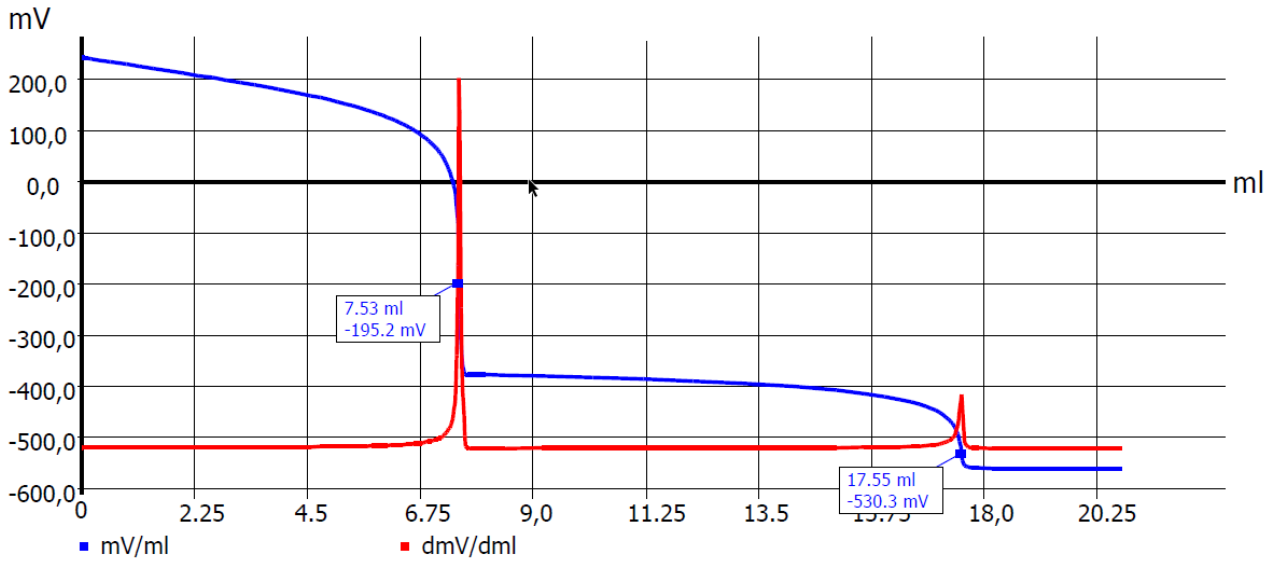
Probenvorbereitung

Die Probe wird in ein 150 mL Becherglas pipettiert, mit dest. Wasser auf ca. 80mL aufgefüllt und mit 2 mL KOH oder NaOH 3 mol/L alkalisch gestellt. Der pH-Wert sollte bei ca. pH 10 – 12 liegen. Anschließend wird mit $AgNO_3$ – Lösung 0,1 mol/L auf 2 EQs titriert.

Die benötigte Probenmenge kann nach dieser Faustformel abgeschätzt werden:

$$V(mL) = \frac{1000 * Titer\ [\frac{mol}{L}]}{erwarteter\ KCN - Gehalt\ [g/L]}$$

Titrationsparameter



Standardmethode	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	3 s
		Max. Wartezeit	15 s
		Messzeit	3 s
		Drift	10 mV/min
Startwartezeit	5 s		
Dynamik	mittel	Max. Schrittweite	1.0 mL
		Steigung bei max. ml	10
		Min. Schrittweite	0.02 mL
		Steigung bei min. ml	120
Dämpfung	keine	Titrationsrichtung	fallend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(2)	Steigungswert	300
Max. Titrationsvolumen	20 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

Freies Cyanid:

$$KCN\ [g/L] = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{V * F2}$$

B	0	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	65,12	Molekulargewicht KCN
V	man	Probenvolumen [mL]
F1	2	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

Silber:

$$Ag\ [g/L] = \frac{(EQ2 - 2 * EQ1) * T * M * F3}{V}$$

EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
EQ2		Verbrauch des Titrationsmittels am zweiten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
V	man	Probenvolumen [mL]
F3	107,87	Molekulargewicht Ag

Fragen? Bitte kontaktieren Sie unser Applikationsteam:

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG, SI Analytics
Hattenbergstraße 10
D-55122 Mainz, Germany
Telefon: + 49 6131 66 5126
Fax: + 49 6131 66 5101
E-Mail: titration@si-analytics.com

Alle Namen sind eingetragene Handelsnamen oder Warenzeichen der Xylem Inc. oder eines seiner Tochterunternehmen. Technische Änderungen vorbehalten.
© 2018 Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG.