

Bestimmung von Nickel und Zink

Beschreibung

Die Bestimmung von Nickel und Zink nebeneinander lässt sich mit der OptiLine 6 und einem Farbindikator durchführen.

Bei der hier beschriebenen Methode wird die Probe zunächst mit einem Überschuss EDTA versetzt und der Überschuss mit Magnesiumsulfat titriert. Man erhält so den Gesamtgehalt Nickel und Zink. Anschließend wird die Probe mit 2,3-Dimercapto-1-propanol versetzt. 2,3-Dimercapto-1-propanol bildet einen sehr stabilen Komplex mit Zink. Dadurch wird aus dem Zn(EDTA)-Komplex EDTA freigesetzt, das wiederum mit Magnesiumsulfat titriert wird. Als Indikator eignet sich Eriochromschwarz T, zur Detektion wird der optische Sensor OptiLine 6 eingesetzt.

Diese Titration lässt sich am besten mit Titrisoft 3.4 durchführen, da hier der gesamte Ablauf in einer Methode automatisiert werden kann. Ohne Titrisoft müssen 2 Methoden erstellt werden: die erste Methode für die Titration von Ni + Zn zusammen, die 2. Methode für die Titration von Zn nach der Zugabe von 2,3-Dimercapto-1-propanol.

Geräte

Titратор	TL 7000 oder höher
Elektrode	OptiLine 6
Rührer	Magnetrührer TM 235 oder ähnliche
Laborgeräte	Becherglas 150 ml
	Magnetrührstab 30 mm

Reagenzien

1	EDTA-Lösung 0,1 mol/L
2	Magnesiumsulfat-Lösung 0,1 mol/L
3	Ammoniumchlorid / Ammoniak – Puffer pH 10
4	Eriochromschwarz T Verreibung mit NaCl
5	2,3-Dimercapto-1-propanol
6	Ethanol 96%
7	Destilliertes Wasser

Durchführung der Titration

Reagenzien

EDTA-Lösung 0,1 mol/L

Na₂EDTA – Lösung 0,1 mol/L ist als fertige Maßlösung erhältlich.

Magnesiumsulfat-Lösung 0,1 mol/L

MgSO₄ – Lösung 0,1 mol/L ist als fertige Maßlösung erhältlich.

Ammoniumchlorid / Ammoniak – Puffer pH 10

54,0g Ammoniumchlorid und 350 mL Ammoniakwasser 25% werden in ca. 500mL Wasser gelöst und auf 1 L aufgefüllt.

Eriochromschwarz T Verreibung

1,0g Eriochromschwarz T und 49,0g NaCl werden in einer Reibschale verrieben, bis eine homogene Mischung entsteht.

2,3-Dimercapto-1-propanol Lösung

20,0g 2,3-Dimercapto-1-propanol werden in Ethanol 96% gelöst und auf 100 mL aufgefüllt.

Reinigung der OptiLine 6

Die OptiLine 6 wird mit destilliertem Wasser gereinigt. Die Lagerung erfolgt trocken und sauber.

Blindwert

10 mL Pufferlösung pH 10 und ca. 50 mg Eriochromschwarz T Verreibung werden in ein 150 mL Becherglas gegeben und mit dest. Wasser auf ca. 80 mL aufgefüllt. 20,0 mL EDTA-Lösung 0,1 mol/L werden zugegeben und mit MgSO₄ 0,1 mol/L bis zum 1. Äquivalenzpunkt (Farbumschlag, OptiLine 6, Wellenlänge 625 nm) titriert.

Probenvorbereitung

Die Probe wird in ein 150 mL Becherglas pipettiert, 10 mL Pufferlösung pH 10 ca. 50 mg Eriochromschwarz T Verreibung zugegeben und mit dest. Wasser auf ca. 80 mL aufgefüllt.

20,0 mL EDTA-Lösung 0,1 mol/L werden zugegeben und mit MgSO₄ 0,1 mol/L bis zum 1. Äquivalenzpunkt (Farbumschlag, OptiLine 6, Wellenlänge 625 nm) titriert.

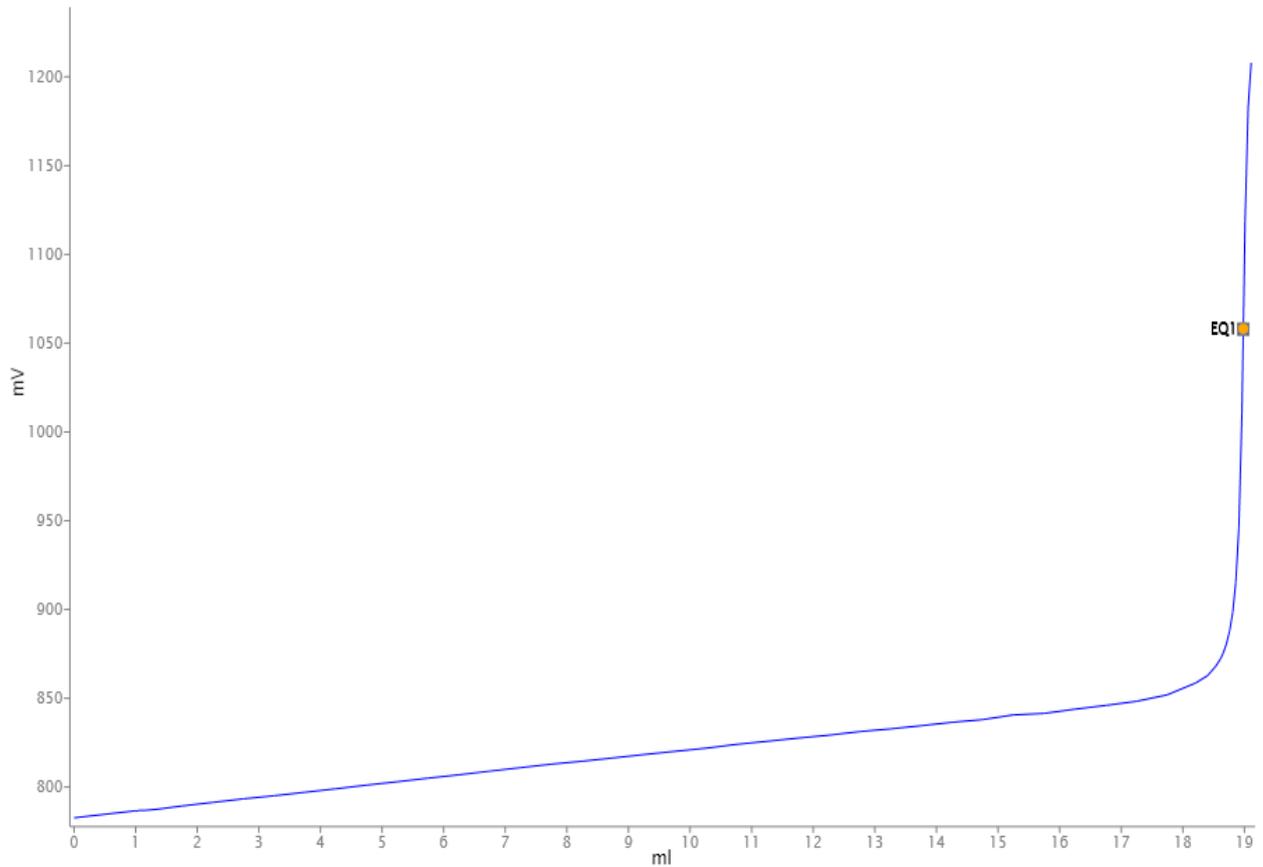
Anschließend werden 2 mL 2,3-Dimercapto-1-propanol Lösung zugegeben und erneut bis zum Äquivalenzpunkt (Farbumschlag, OptiLine 6, Wellenlänge 625 nm) titriert.

Die benötigte Probenmenge kann nach dieser Faustformel abgeschätzt werden:

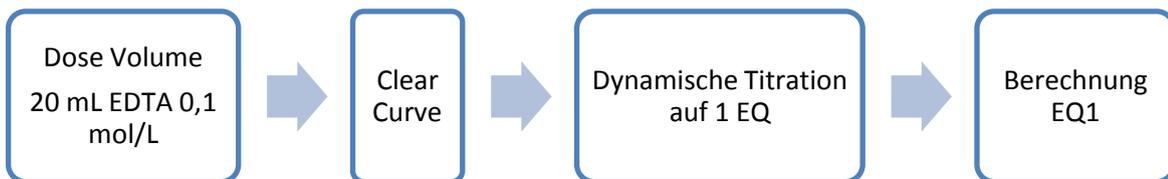
$$V(\text{mL}) = \frac{620 * \text{Titer} \left[\frac{\text{mol}}{\text{L}} \right]}{\text{erwarteter Ni/Zn - Gehalt} [\text{g/L}]}$$

Titrationparameter

Blindwert



In Titrisoft kann folgender Methodenablauf für die Bestimmung des Blindwertes verwendet werden:

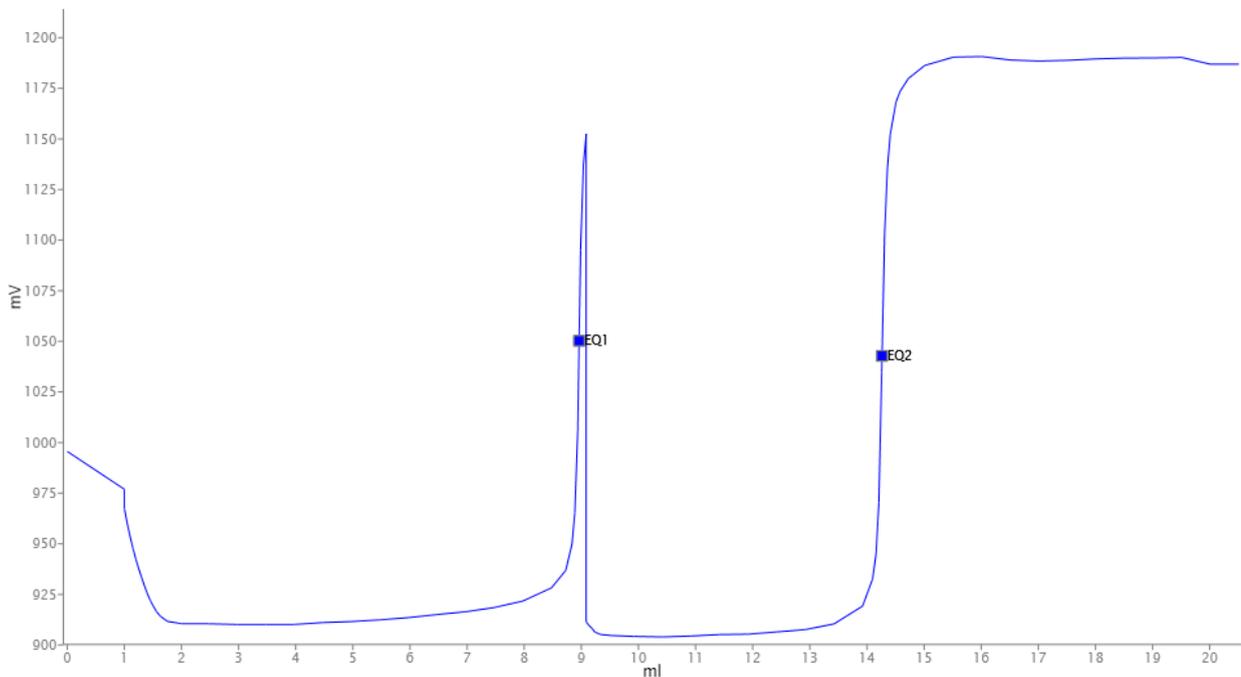


Das Ergebnis sollte in eine globale Variable geschrieben werden. So steht der Blindwert in der Probenmethode für Berechnungen zur Verfügung.

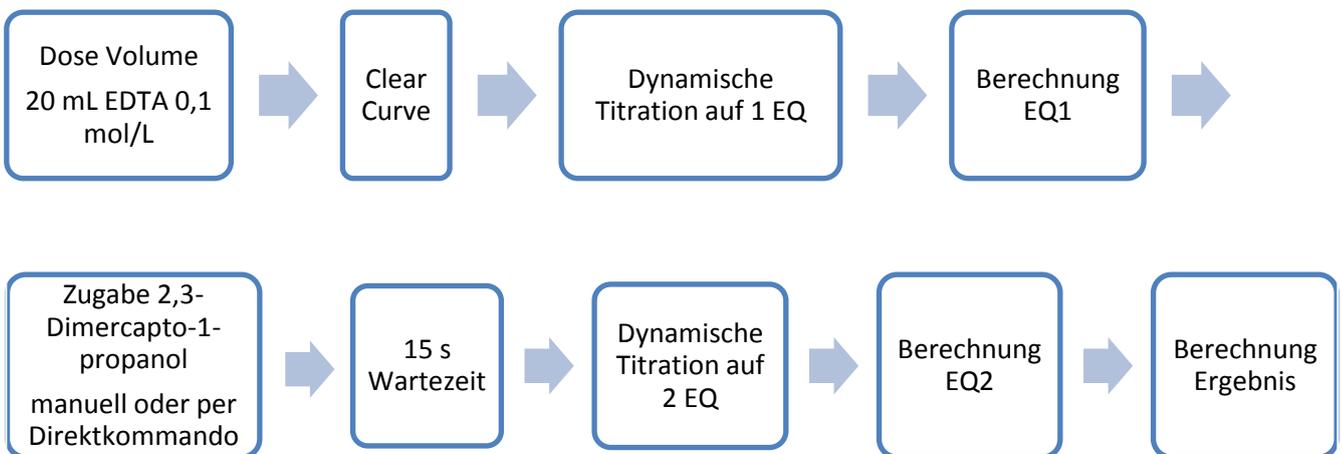
Für die dynamische Titration eignen sich diese Parameter:

Standardmethode	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV(E)		
Messgeschwindigkeit / Drift	Individuell	Min. Wartezeit	5 s
		Max. Wartezeit	10 s
		Messzeit	3 s
		Drift	10 mV/min
Optiline 6 Einstellungen		Wellenlänge	625 nm
		Intensität	50
		Glättung	Normal
Startwartezeit	5 s		
Dynamik	Individuell	Max. Schrittweite	0.5 ml
		Steigung bei max. ml	10
		Min. Schrittweite	0.05 ml
		Steigung bei min. ml	60
Dämpfung	keine	Titrationrichtung	steigend
Vortitration	Aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	300
Max. Titrationsvolumen	50 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Probentitration



In Titrisoft lassen sich beide Äquivalenzpunkte in einer Titrationskurve darstellen. Hierfür kann folgender Methodenablauf verwendet werden:



Falls die Titrationskurve am Anfang zu unruhig ist, kann vor der ersten dynamischen Titration ein weiter, linearer Titrationsbaustein mit 1 Dosierschritt von 1 ml als Vortitration eingebaut werden.

Für die beiden dynamischen Titrationsbausteine eignen sich diese Parameter:

Standardmethode	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV(E)		
Messgeschwindigkeit / Drift	Individuell	Min. Wartezeit	5 s
		Max. Wartezeit	10 s
		Messzeit	3 s
		Drift	10 mV/min
Optiline 6 Einstellungen		Wellenlänge	625 nm
		Intensität	50
		Glättung	Normal
Startwartezeit	5 s		
Dynamik	Individuell	Max. Schrittweite	0.5 ml
		Steigung bei max. ml	10
		Min. Schrittweite	0.05 ml
		Steigung bei min. ml	60
Dämpfung	keine	Titrationrichtung	steigend
Vortitration	Aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	300
Max. Titrationsvolumen	50 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Für die Titration ohne Titrissoft können die gleichen Parameter verwendet werden. Hierbei muss allerdings für jeden der beiden Titrationsbausteine eine Methode erstellt werden.

Berechnung:

$$Zn [g/L] = \frac{(EQ2 - EQ1) * T * M * F1}{V * F2}$$

EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
EQ2		Verbrauch des Titrationsmittels am zweiten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	65,38	Molekulargewicht Zn
V	man	Probenvolumen [mL]
F1	1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

$$Ni [g/L] = \frac{((B - EQ1) - (EQ2 - EQ1)) * T * M * F1}{V * F2}$$

B	M01	Blindwert aus globalem Speicher
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
EQ2		Verbrauch des Titrationsmittels am zweiten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	58,69	Molekulargewicht Ni
V	man	Probenvolumen [mL]
F1	1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

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

SI Analytics
a xylem brand

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG · Hattenbergstr. 10 · D-55122 Mainz · Germany
Telefon: +49 6131.66. 5111 · E-Mail: Info.si-analytics@Xylem.com · www.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.