Bestimmung von Nickel in Galvanikbädern (potentiometrisch)

Beschreibung

Die Bestimmung von Nickel in Galvanikbädern erfolgt durch Titration mit Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA, Na-Salz). Zur Detektion des Equivalenzpunktes wird eine Kupferelektrode verwendet.
Da die Cu-Elektrode nur auf Cu-Ionen anspricht, muss eine kleine Menge Cu-EDTA-Komplex zugegeben werden. Das Nickel aus der Probe verdrängt das Cu aus dem Cu-EDTA-Komplex, so dass auch freie Cu-Ionen vorhanden sind - wenn das gesamte Ni aus der Probe komplexiert ist, wird das Cu wieder komplexiert, und der EQ kann detektiert werden.
Andere komplexierbare Metallionen wie Calcium, Magnesium, Zink oder Kupfer werden mit titriert.
Bei geringen Ni-Gehalten kann anstelle der 0,1 mol/L eine 0,05 mol/L EDTA-Lösung verwendet werden.

Geräte

Titrator	TL 5000, TL 7000, TL 7750, TL 7800
Elektrode	Pt 62
Kabel	L 1 A
Bezugselektrode	B 2920 +
Kabel	L 1 N
Rührer	Magnetrührer TM 235 oder ähnliche
Laborgeräte	Becherglas 150 ml
	Magnetrührstab 30 mm

Reagenzien

1	Na_2EDTA – Lösung 0,1 mol/L
2	Ammoniumchlorid
3	Ammoniakwasser 25%
4	Kupfer-EDTA solution 0.1 mol/l ($Cu(NH_4)_2$-EDTA)
5	Elektrolytlösung L3004
6	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

EDTA – Lösung 0,1 mol/L
EDTA - Lösung 0,1 mol/L ist als fertige Maßlösung erhältlich.
Die Titerbestimmung der EDTA-Lösung erfolgt wie in der Applikation "Titerbestimmung von EDTA" beschrieben.

Pufferlösung pH 10
54,0 g Ammoniumchlorid werden in etwas Wasser gelöst, 350 ml Ammoniaklösung 25 % zugegeben und mit dest. Wasser auf 1,0L aufgefüllt.

Reinigung der Elektrode
Die Elektrode wird mit destilliertem Wasser gereinigt. Die Cu 1100 wird sauber und trocken gelagert, für die Lagerung der Bezugselektrode wird die Elektrolytlösung L300 verwendet.

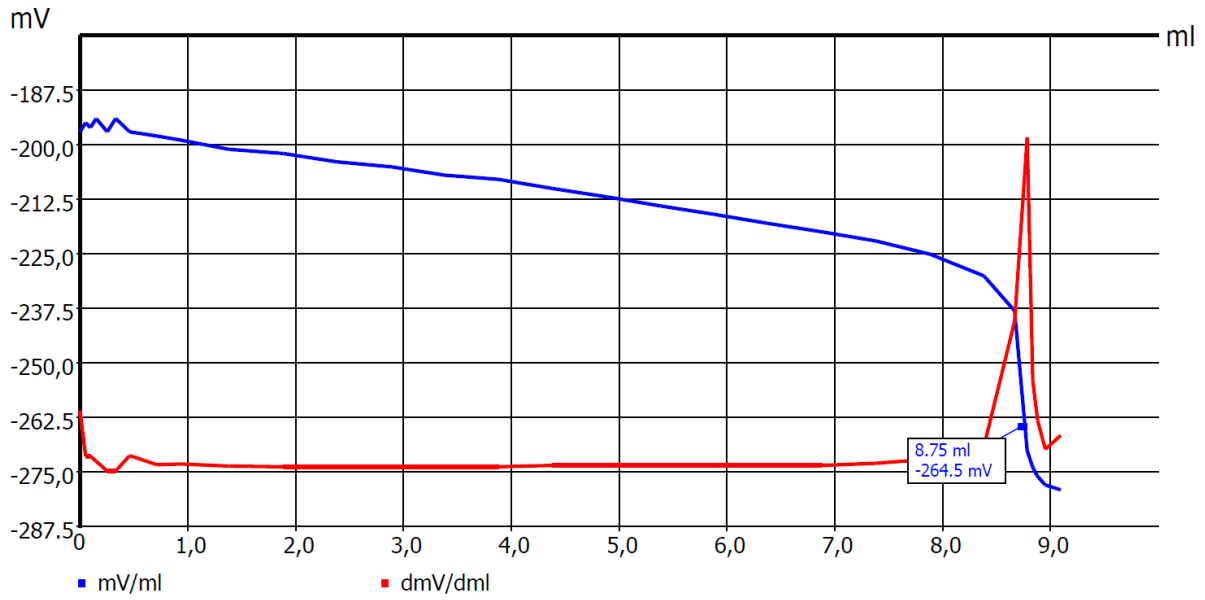
Probenvorbereitung

Die Probe wird in ein 150 ml Becherglas pipettiert und auf 60 - 80 ml aufgefüllt. 10 ml Pufferlösung pH 10 und 1 ml Cu-EDTA 0,1 mol/L werden hinzugefügt. Der pH-Wert dieser Lösung sollte ungefähr bei pH 10 liegen. Die Lösung wird mit EDTA 0,1 mol/L bis zum Äquivalenzpunkt titriert. Der Verbrauch sollte etwa 5 - 15 ml betragen.

Die benötigte Probenmenge kann nach dieser Faustformel abgeschätzt werden:

$$V(mL) = \frac{590 * Titer\ [\frac{mol}{L}]}{erwarteter\ Ni - Gehalt\ [g/L]}$$

Titrationsparameter



Standardmethode	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	5 s
		Max. Wartezeit	12 s
		Messzeit	4 s
		Drift	3 mV/min
Startwartezeit	5 s		
Dynamik	Flach	Max. Schrittweite	0.5 ml
		Steigung bei max. ml	10
		Min. Schrittweite	0.05 ml
		Steigung bei min. ml	120
Dämpfung	keine	Titrationsrichtung	fallend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An (1)	Steigungswert	120
Max. Titrationsvolumen	20 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung in g/L:

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

B	0	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	58,69	Molekulargewicht Nickel
V	man	Probenvolumen [mL]
F1	1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

Berechnung in mol/L:

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

B	0	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	1	
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 894 5126
Fax: + 49 6131 894 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@Xyleminc.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.