

Application Bulletin

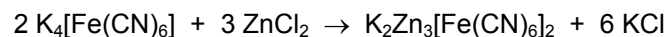
Von Interesse für: Allgemein, Metallanalytik

A 1, 10

Bestimmung von Zink durch potentiometrische Titration mit Kaliumhexacyanoferrat(II)

Zusammenfassung

Zink, z.B. als Bestandteil von Leichtmetall-Legierungen, kann mittels Fällungstitation mit potentiometrischer Endpunktindikation bestimmt werden. Die Bestimmung von Zink neben Cadmium ist ebenfalls möglich.



Geräte und Zubehör

- Titrimo oder Titrimo mit Dosino oder Dosimat
- Magnet-Schwenkrührer
- Wechseleinheit
- Pt-Titrode 6.0431.100 mit Elektrodenkabel 6.2104.020
- Thermostatisierbares Titriergefäß, bestehend aus Titriergefäß-Oberteil 6.1414.010 und Titriergefäß mit Thermostatmantel 6.1418.250

Reagenzien

- Titriermittel, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ $c = 0.05 \text{ mol/L}$:
21.12 g $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ werden in dest. H_2O gelöst und auf 1 Liter aufgefüllt.
- Schwefelsäure: H_2SO_4 konz. p.A.
- Zn-Standard:
22.0 g $\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ werden in dest. H_2O gelöst, mit 1 mL konz. H_2SO_4 versetzt und mit dest. H_2O auf 1 Liter aufgefüllt.
1 mL = 5.0 mg Zn

Analyse

Ins Titriergefäß gibt man 5 mL Probe bzw. Standardlösung und ca. 50 mL dest. H_2O . Man fügt vorsichtig 5 mL H_2SO_4 zu und erwärmt die Mischung auf 65 ... 70 °C. Anschliessend wird im MET-Modus (Parameter siehe Anhang) mit $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ titriert.

Berechnung

1 mL $K_4[Fe(CN)_6]$ $c = 0.05$ mol/L = 4.904 mg Zn
g/L Zn = EP1 * C01 / C00
C00 = Probeneinmass in mL
C01 = 4.904

Bemerkungen

- Die Temperatur sollte während der Titration nicht unter 60 °C sinken.
 - Die Titerstellung des Titriermittels muss gegen Zn-Standard erfolgen, da das stöchiometrische Verhältnis nicht ganz stimmt.
 - Cadmium reagiert ebenfalls mit $K_4[Fe(CN)_6]$. Die Fällung erfolgt jedoch langsam und nach derjenigen von Zink. Sie kann potentiometrisch nicht indiziert werden. Daher ist es möglich, Zn neben Cd zu bestimmen.
-

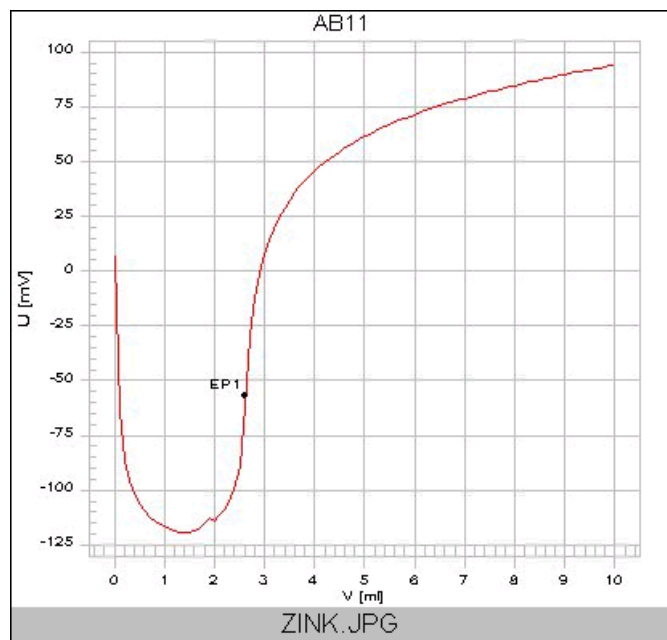
Literatur

- Vojlosnikova, M.T. / Kozlovkij, M.T. / Songina, A.O.
Eine amperometrische Methode zur Bestimmung sehr kleiner Zinkmengen
Zavodsk. Laborat. 23, (1957) 273-276 (Russ)
Ref:Fresenius, Z.Anal.Chem. 159, (1957) 59
- Agasjan, P.K.
Zur Bestimmung von Zink und Cadmium nebeneinander
Zavodsk. Laborat. 24, (1958) 532-534 (Russ)
Ref:Fresenius, Z.Anal.Chem. 167, (1959) 281
- Kao, S.S. / Chuang, W.T.
Simultantitration von Zink und Cadmium mit Hexacyanoferrat(II) - Lösung nach der Dead-Stop-Methode
Acta Chim. Sinica 24, (1958) 25-29 (Chin)
Ref:Fresenius, Z.Anal.Chem. 167, (1959) 282
- Malur, J. / Treptow, H.
Untersuchung über die Grenzen der potentiometrischen Simultanbestimmung von Zink und Cadmium
Fresenius, Z.Anal.Chem. 183, (1961) 426 - 432

Abbildungen

```
'pa
736 GP Titrino      04268 736.0011
date 99-09-06      time 10:00  2
MET U              AB11CdZn
parameters
>titration parameters
V step             0.05 ml
titr.rate          max. ml/min
signal drift       50 mV/min
equilibr.time      26 s
start V:           OFF
pause              10 s
dos.element:       internal D0
meas.input:        1
temperature        63.1 °C
>stop conditions
stop V:            abs.
stop V             20 ml
stop U             OFF mV
stop EP            9
filling rate       max. ml/min
>statistics
status:            OFF
>evaluation
EPC                50 mV
EP recognition:    all
fix EP1 at U      OFF mV
pK/HNP:           OFF
>preselections
req.ident:         OFF
req.smpl size:    all
activate pulse:    OFF
```

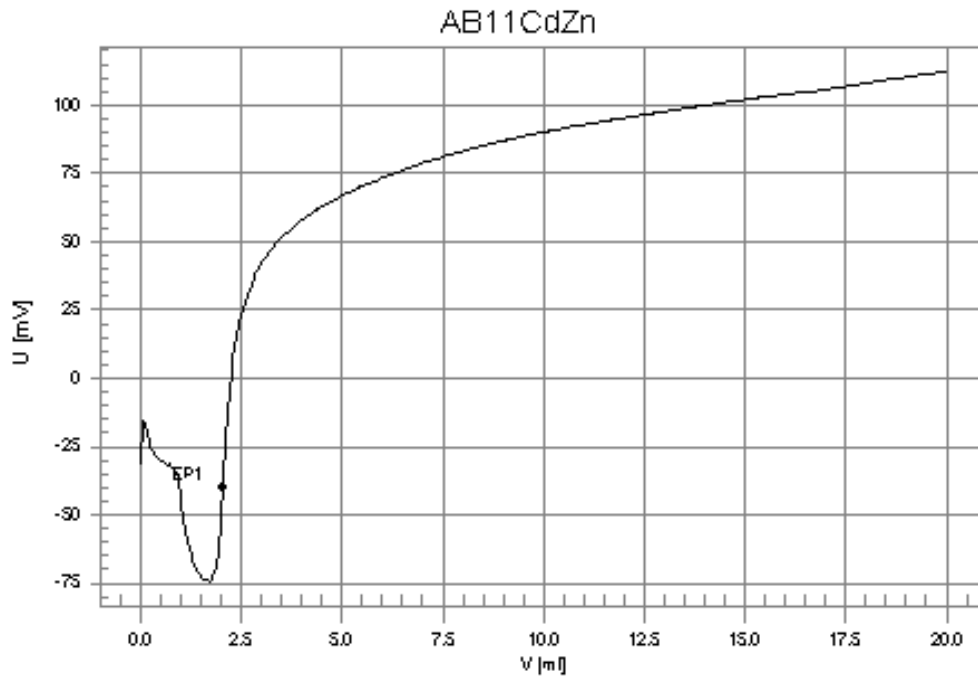
Abb. 1 Parameterreport Titrino



```
'fm
736 GP Titrino      04268 736.0011
date 99-09-03      time 14:09  6
MET U              AB11
>calculations
Zn=EP1*C01/C00;2;g/l
C00=                2.5
C01=                4.904
=====
```

```
'fr
736 GP Titrino      04268 736.0011
date 99-09-03      time 14:09  6
U(init)            8 mV MET U  AB11
smpl size          2.5 ml
EP1                2.614 ml    -57 mV
Zn                 5.13 g/l
stop V reached
=====
```

Abb. 2 Titrationskurve und Resultatreport Zn-Bestimmung



```
'fm
736 GP Titrino      04268 736.0011
date 99-09-06     time 10:01  2
MET U             AB11CdZn
>calculations
Zn=EP1*C01/C00;2;g/l
Cd=(EP2-EP1)*C02/C00;2;g/l
C00=                2
C01=                5.62
C02=                4.904
```

```
-----
'fr
736 GP Titrino      04268 736.0011
date 99-09-06     time 10:00  2
U(init)          -29 mV MET U AB11CdZn
smpl size        2 ml
EP1              2.041 ml      -40 mV
Zn               5.74 g/l
Cd              missing EP
```

Abb. 3 Titrationskurve und Resultatreport Zink neben Cadmium