

# Application Bulletin

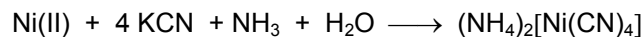
Von Interesse für: Metallanalytik

A 10

## Bestimmung von Nickel in Gold- und Silberbädern durch potentiometrische Titration

### Zusammenfassung

Es wird eine potentiometrische Methode zur Bestimmung von Nickel in galvanischen Gold- und Silberbädern beschrieben. Die Titration erfolgt mit KCN. Gold und Silber werden vor der Titration durch Reduktion entfernt. Zur Bestimmung von Nickel in Stählen etc. wird auf die Literatur verwiesen.



### Geräte und Zubehör

- Titrino oder Titrande mit Dosino oder Dosimat
- Magnet-Schwenkrührer
- Wechseleinheit
- Ag-Titrode mit Ag<sub>2</sub>S-Überzug 6.0430.100 mit Elektrodenkabel 6.2104.020

### Reagenzien

- Titriermittel,  $c(\text{KCN}) = 0.2 \text{ mol/L}$ :  
4 g KOH und 13.03 KCN werden in dest. H<sub>2</sub>O gelöst und auf 1 Liter aufgefüllt. Die Titerstellung erfolgt gegen Ni-Standard.
- Ni-Standard,  $c(\text{Ni}) = 0.01 \text{ mol/L}$ :  
2.809 g NiSO<sub>4</sub> \* 7 H<sub>2</sub>O werden in dest. H<sub>2</sub>O gelöst und auf 1 Liter aufgefüllt.  
1 mL = 0.5869 mg Ni
- Hydrazinlösung:  $w(\text{Hydrazinsulfat}) = 2 \%$  in dest. H<sub>2</sub>O
- Ammoniak:  $w(\text{NH}_3) = 25 \%$
- Aufschlussäuren: HCl konz. und HNO<sub>3</sub> konz.

### Probenvorbereitung

10.0 mL Badprobe werden mit 10 mL HCl erwärmt und auf ca. ¼ des Anfangsvolumens eingedampft. Im Abzug arbeiten, da Cyanide entweichen!!! Nun gibt man tropfenweise HNO<sub>3</sub> zu, bis sich der Niederschlag gelöst hat und dampft wiederum auf ca. ¼ des Volumens ein. Nach dem Abkühlen wird mit dest. H<sub>2</sub>O in einen 50 mL Messkolben gespült, zur Marke aufgefüllt und gemischt.

### Analyse

10.0 mL der vorbereiteten Probelösung (entsprechend 2 mL Originalbad) werden in einem Becherglas mit 10 mL dest. H<sub>2</sub>O, 10 mL Ammoniak und 5 mL Hydrazinlösung versetzt. Man kocht kurz auf (Abzug) und titriert nach dem Abkühlen mit  $c(\text{KCN}) = 0.2 \text{ mol/L}$ .

### Berechnung

1 mL  $c(\text{KCN}) = 0.2 \text{ mol/L} = 2.935 \text{ mg Ni}$   
 $\text{g/L Ni} = \text{EP1} * \text{C01} * \text{C02} / \text{C00}$   
 C00 = Probeneinmass in mL (2)  
 C01 = 2.935  
 C02 = Titer der KCN - Lösung

### Literatur

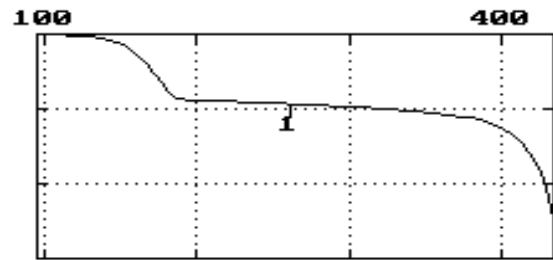
- Trepka-Bloch, E.  
 Potentiometrische Bestimmung von Nickel neben Ag, As, Bi, Co, Cu und Fe  
 Chemist Analyst **43**, (1954) 63-65  
 Ref: Fresenius, Z. Anal. Chem. **147**, (1955) 143
- Luke, C.L.  
 New rapid method for the determination of nickel in ferrous and ferromagnetic metals  
 Anal. Chem. **33**, (1961) 96-98

### Abbildungen

```
'pa
785 DMP Titrimo      02287  785.0010
[R]date 1999-07-15   time 08:54    2
MET U                *****
parameters
>titration parameters
  V step              0.10 ml
  dos.rate            max. ml/min
  signal drift        50 mV/min
  equilibr.time       26 s
  start V:            OFF
  pause               0 s
  meas.input:         1
  temperature         25.0 C
>stop conditions
  stop V:             abs.
  stop V              5 ml
  stop U              OFF mV
  stop EP             9
  filling rate        max. ml/min
>statistics
  status:             OFF
>evaluation
  EPC                 30 mV
  EP recognition:     all
  fix EP1 at U        OFF mV
  pK/HNP:             OFF
>preselections
  req.ident:          OFF
  req.smpl size:      OFF
  limit smpl size:    OFF
  activate pulse:     OFF
-----
```

**Abb. 1** Parameter Titrimo

```
'fr
785 DMP Titrino          02287
785.0010
[R]date 1999-07-15      time 08:22
1
card label:Appl.751
U(init)          94 mV MET U
*****
smpl size        10 ml
EP1              1.900 ml          262
mV
Ni               0.56 g/l
time            188 s
stop V reached
=====
```



```
'cu
785 DMP Titrino          02287
785.0010
[R]date 1999-07-15      time 08:22
1
start V          0.000 ml MET U
*****
2.0 ml/div      dU=100.0 mV/div
```

```
'BMP-File:
C:\METROHM\DATASCAN\ASWNH4.bmp
[ ]2          =====
```

**Abb. 2** Resultatblock und Titrationskurve