

Application Bulletin

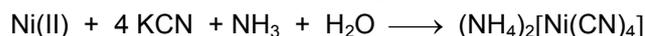
D'intérêt pour: Industrie des métaux

A 10

Détermination du nickel dans les bains d'or et d'argent par titrage potentiométrique

Résumé

Une méthode potentiométrique permettant la détermination du nickel dans des bains galvaniques à base d'or et d'argent est décrite dans ce Bulletin. Le titrage est réalisé à l'aide de KCN. L'or et l'argent sont éliminés, avant le titrage, grâce à un procédé de réduction. La détermination du nickel dans les alliages, etc... est également possible (voir les références bibliographiques).



Appareillage et accessoires

- Titrino ou Titrande avec Dosino ou Dosimat
- Agitateur magnétique pivotant
- Unité interchangeable
- Titrode Ag recouverte de Ag₂S 6.0430.100 avec câble d'électrode 6.2104.020

Réactifs

- Réactif de titrage, c(KCN) = 0.2 mol/L:
Dissoudre 4 g de KOH et 13.03 de KCN dans de l'eau distillée et compléter à 1 L. Détermination du titre à l'aide d'un standard Ni.
- Standard Ni, c(Ni) = 0.01 mol/L:
Dissoudre 2.809 g de NiSO₄ * 7 H₂O dans de l'eau distillée et compléter à 1 L.
1 mL = 0.5869 mg Ni
- Solution d'hydrazine: w(sulfate d'hydrazine) = 2 % dans de l'eau distillée.
- Ammoniaque: w(NH₃) = 25 %
- Acides pour décomposition: HCl conc. et HNO₃ conc.

Préparation de l'échantillon

A 10.0 mL de bain échantillon, ajouter 10 mL de HCl et chauffer. Evaporer jusqu'à environ ¼ du volume initial. Travailler sous une hotte, car des cyanures sont libérés!!! Ajouter ensuite, goutte à goutte HNO₃, jusqu'à ce que le précipité soit de nouveau remis en solution et évaporer de nouveau jusqu'à environ ¼ du volume initial. Après refroidissement, rincer avec de l'eau distillée dans une fiole jaugée de 50 mL, compléter à la marque et mélanger.

Analyse

Introduire 10.0 mL de solution échantillon ainsi préparée (correspondant à 2 mL de bain original) dans un bécher, ajouter 10 mL d'eau distillée, 10 mL d'ammoniaque et 5 mL de solution d'hydrazine. Faire bouillir brièvement (hotte) et après refroidissement, titrer avec $c(\text{KCN}) = 0.2 \text{ mol/L}$.

Calculs

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 = Prise d'échantillon en mL (2)

C01 = 2.935

C02 = Titre de la solution de KCN

Littérature

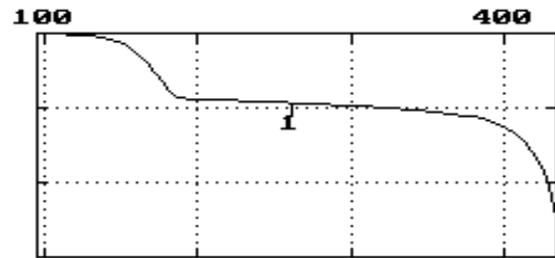
- Trepka-Bloch, E.
Potentiometrische Bestimmung von Nickel neben Ag, As, Bi, Co, Cu und Fe
Chemist Analyst **43**, (1954) 63-65
Ref: Fresenius, Z. Anal. Chem. **147**, (1955) 143
- Luke, C.L.
New rapid method for the determination of nickel in ferrous and ferromagnetic metals
Anal. Chem. **33**, (1961)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

Figures

```
'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
-----
```

Fig. 1 Paramètres 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                =====
```

Fig. 2 Résultats et courbe de titrage