

## Verfahren Chemisch Nickel

---

### a) Nickelbestimmung mit EDTA

#### Erforderliche Reagenzien:

0,05 mol/L EDTA-Lösung: Lösung von Ethylendiamintetraessigsäure, Dinatriumsalz, p. a.  
0,05 mol/L (0,1 N)

Ammoniak 1:1

Murexid-Indikator: 1 g Murexid und 900 g Natriumchlorid p. a. werden staubfein verrieben und trocken aufbewahrt. Nicht unbegrenzt haltbar!

#### Durchführung:

1. 10 mL Badprobe werden in einen 250 mL Erlenmeyerkolben gegeben.
2. Zugabe von 100 mL entionisiertem Wasser.
3. Zugabe von Ammoniak 1:1, bis die Farbe der Lösung tiefblau ist.
4. Zugabe einer Spatelspitze Indikator.
5. Titrieren mit 0,05 mol/L EDTA-Lösung bis zur intensiven Violettfärbung.

#### Berechnung:

Verbrauchte mL 0,05 mol/L EDTA-Lösung x 0,293 = **Nickelgehalt in g/L**

*Hinweis:* Wird zum Titrieren 0,1 mol/L EDTA-Lösung verwendet, ist mit dem Faktor 0,586 zu multiplizieren.



Seite 2 -

---

## b) Reduktionsmittelgehalt

### Erforderliche Reagenzien:

Salzsäure 1:1

0,05 mol/L Iodlösung (0,1 N)

0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung (0,1 N)

Stärke­lösung 1 %ig

### Durchführung:

1. Abkühlen auf Raumtemperatur.
2. 5 mL Badprobe werden in einen 250 mL Iodzahlkolben gegeben.
3. Zugabe von 25 mL Salzsäure 1:1.
4. Zugabe von 50 mL 0,05 mol/L Iodlösung.
5. Iodzahlkolben verschließen und 30 Minuten dunkel stehen lassen.
6. Vor dem Titrieren Glasstopfen mit entionisiertem Wasser abspülen.
7. Zugabe von 1 - 2 mL Stärke­lösung 1 %ig.
8. Titrieren mit 0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung bis zur Entfärbung.

### Berechnung:

(mL 0,05 mol/L Iodlösung - verbrauchte mL 0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung)  
x 1,06 = **Natriumhypophosphit in g/L**



Seite 3 -

---

## c) Orthophosphitbestimmung

### **Erforderliche Reagenzien:**

5 %ige Natriumhydrogencarbonatlösung

0,05 mol/L Iodlösung (0,1 N)

0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung (0,1 N)

Stärkelösung 1 %ig

### **Durchführung:**

1. Badprobe abkühlen auf Raumtemperatur.
2. 2 mL Badprobe in einen 250 mL Iodzahlkolben pipettieren.
3. Zugabe von 20 mL entionisiertem Wasser.
4. Zugabe von 20 mL 5 %ige Natriumhydrogencarbonatlösung.
5. Zugabe von genau 50 mL 0,05 mol/L Iodlösung.
6. Iodzahlkolben verschließen und 30 Minuten dunkel stehen lassen.
7. Vor dem Titrieren Glasstopfen mit entionisiertem Wasser abspülen.
8. Zugabe von 1 - 2 mL Stärkelösung 1 %ig.
9. Titrieren mit 0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung bis zur Entfärbung.

### **Hinweis:**

Sollte die Analysenprobe im Iodzahlkolben nach 30 Minuten Stehenlassen klar sein, so beträgt der Orthophosphitgehalt  $> 100$  g/L. In diesem Fall ist die dosierte Iodmenge verbraucht und es muß erneut eine Analysenprobe aufbereitet werden, wobei lediglich 1 mL Badprobe in den Iodzahlkolben zu pipettieren ist.



Seite 4 -

---

## Berechnung:

(mL 0,05 mol/L Iodlösung - verbrauchte mL 0,1 mol/L Natriumthiosulfatlösung)  
x 2 = **Orthophosphit in g/L**

Wird 1 mL Badprobe vorgegeben, wird die Differenz mit Faktor 4 multipliziert.

