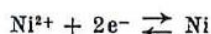


Elektrogravimetrische Nickel-Bestimmung

Grundlage: Nickel-Ionen werden aus ammoniakalischer Lösung an der Kathode als Nickel abgeschieden und gewogen.



Ausführung: Die Probelösung wird in einem hohen 250 ml-Becherglas auf ein Volumen von 100 ml gebracht und mit Schwefelsäure bzw. Ammoniak-Lösung neutralisiert. Dann versetzt man die Lösung mit 40 ml konz. Ammoniak-Lösung und 10 g Ammoniumsulfat (zur Erhöhung der Leitfähigkeit) und elektroly-

siert. Als Anode dient eine Platindraht-Spirale und als Kathode eine Platinnetz-Elektrode (Elektrodenkombination nach *Winkler*). Die Technik des Elektrolysierens wurde bei der elektrolytischen Kupfer-Bestimmung beschrieben, sie ist hier die gleiche. Das Nickel wird bei 3 bis 3,5 V Klemmenspannung und einer Stromdichte von 1,5—2,0 A/dm² elektrolytisch niedergeschlagen. Die Elektrolyse darf bei einer Temperatur von 60 °C etwa eine halbe bis höchstens eine Stunde dauern. Das abgeschiedene Nickel soll

64

hellglänzend wie Platin aussehen und fest an der Kathode haften. Gegen Ende der Elektrolyse prüft man das Elektrolysat auf Vollständigkeit der Nickel-Abscheidung, indem man einen Tropfen entnimmt und auf Tüpfelpapier oder auf einer Tüpfelplatte zu einigen Tropfen Diacetyldioxim-Lösung gibt. Es darf kein roter Niederschlag von Bis-[diacetyldioximato]-nickel(II) entstehen; eine schwache Rotfärbung ist ohne Bedeutung. Üblicher Nickel-Gehalt in einer Probe: 10—200 mg.

Bemerkungen: Die Elektrolyse wird besonders durch Chlorid-Ionen gestört; an der Anode entsteht dann Chlor, das die Platin-Elektrode angreift. Auch Nitrat und Nitrit müssen vor Beginn der Elektrolyse durch Abrauchen mit Schwefelsäure entfernt werden. Alle edleren Metalle wie Cadmium, Kobalt, Zink, Chrom usw. dürfen nicht anwesend sein, da sie mit abgeschieden würden; aber auch größere Mengen von Eisen, Mangan und Aluminium stören und müssen vor Beginn der Elektrolyse entfernt werden.

Der große Ammoniak-Überschuß ist notwendig, damit sich nicht an der Anode schwarzes Nickelhydroxid abscheidet. Zur Verhinderung einer Oxydation des Nickel-Niederschlages an der Kathode

kann zusätzlich etwa 1 g Hydrazinsulfat oder Hydroxylaminsulfat zugegeben werden; sulfathaltige Analysen-Lösungen sind nämlich durch die anodische Sauerstoff-Entwicklung ständig mit Sauerstoff gesättigt. Ebenfalls zur Vermeidung der Oxydation des Nickels muß ein unnötig langes Elektrolysieren vermieden werden; auch damit sich nicht kleine Mengen Platin an der Anode lösen und kathodisch mit dem Nickel niederschlagen.

Zur Entfernung des Nickels von der Platin-Elektrode behandelt man sie mindestens 15 Min. lang mit chlorfreier Salpetersäure (1 + 1), nicht mit Salzsäure, auf dem siedenden Wasserbad.

Kobalt wird unter denselben Bedingungen abgeschieden wie Nickel, weshalb man Nickel und Kobalt, die sich in einer Lösung befinden, elektrolytisch stets auch nur gemeinsam bestimmen kann. Kobalt hat allerdings noch mehr als Nickel die Neigung, sich als schwarzes Kobalt(III)-hydroxid niederzuschlagen; dies kann durch besonders starken Ammoniak-Überschuß und evtl. durch Zusatz von Hydrazinsulfat oder Hydroxylaminsulfat etwas verhindert werden. Das elektrolytisch abgeschiedene Kobalt enthält stets ca. 2—3% Sauerstoff.

Uhlmann