

Chemisches Grundpraktikum

Nickelbestimmung im Stahl

Analytischer Versuch von:

Alexander Treter und Romina Dörig

Abstract:

Es wurde Stahl aufgeschlossen und der Nickelanteil bestimmt. Wir erhielten einen Anteil von

11.3 % ±0.9 (n=4; 95%).

Inhaltsverzeichnis

1	Aufgabenstellung.....	3
2	Theoretischer Teil.....	3
2.1	Stahl.....	3
2.1.1	Stoffeigenschaften.....	3
2.1.2	Aufschluss von Stahl.....	3
2.2	Gravimetrie.....	4
2.2.1	Allgemein.....	4
2.2.2	Nickelbestimmung.....	4
2.3	Formeln.....	6
3	Praktischer Teil.....	7
3.1	Chemikalien.....	7
3.2	Material.....	7
3.3	Durchführung.....	7
3.4	Berechnungen.....	9
3.5	Sicherheitsdaten.....	11
3.6	Diskussion und Ausblick.....	12
4	Literaturangaben.....	12

1 Aufgabenstellung

Es wurde Stahl aufgeschlossen und anschliessend der Nickelanteil mittels Fällung bestimmt.

2 Theoretischer Teil

2.1 Stahl

2.1.1 Stoffeigenschaften

Stahl bezeichnet alle metallischen Legierungen, deren Hauptbestandteil Eisen ist und bei denen der Kohlenstoffgehalt unter 2% liegt. Stahl ist ein Werkstoff, welcher durch Legierungen mit anderen Metallen positiv verändert werden kann. Ein Zusatz von mindestens 8% Nickel macht den Stahl korrosionsbeständig. In Abhängigkeit vom Legierungsgehalt wird in drei Gruppen unterteilt.

- Unlegierte Stähle
- Niedriglegierte Stähle (1 bis 5 Prozent)
- Hochlegierte Stähle (über 5 Prozent)

Bei Stählen mit Nickel handelt es sich daher immer um hochlegierte Stähle, da der Gehalt über 8% sein muss.

Stahl ist ökologisch gesehen wertvoll, da der Abfall sehr gut wiederverwertbar ist, indem der Schrott eingeschmolzen wird. Jedoch ist zu beachten, dass die Erzeugung von Rohstahl sehr energieintensiv ist, da Temperaturen von 1500 bis 1800 Grad erreicht werden müssen. Zudem wird bei der Produktion eine beträchtliche Menge Kohlendioxid emittiert.

2.1.2 Aufschluss von Stahl

Zum Aufschluss von Stahl wird Salzsäure und Salpetersäure verwendet. Nickel wird nach der folgenden Reaktion oxidiert.



Die entstehenden nitrosen Gase werden mit starkem Abzug abgedampft.

2.2 Gravimetrie

2.2.1 Allgemein

Bei der Gravimetrie handelt es sich um eine quantitative Analyse, in der die Ionen und Moleküle in eine unlösliche Form überführt werden und ausfallen. Die gefällte Verbindung wird abfiltriert, gewaschen, bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen. Aus dieser Auswaage kann der Gehalt von dem zu bestimmenden Element errechnet werden. Die Auswaage wird mit dem Proportionalitätsfaktor multipliziert. Der Proportionalitätsfaktor gibt an, zu welchem Anteil das Element in der gefällten Verbindung vorhanden ist.

Bei unserer Analyse waren Wäge- und Fällungsform identisch. Das heisst, dass unser Niederschlag eine eindeutige Stöchiometrie aufweist. Ist dies nicht der Fall, müsste man den Niederschlag durch Glühen in die eindeutige Wägeform überführen.

Die Gravimetrie ist eine sehr präzise Methode und erfordert keine aufwendige Apperatur. Einzig der hohe Zeitbedarf ist ein negatives Merkmal dieser Methode.

2.2.2 Nickelbestimmung

Als Fällungsreagenz wird Natriumdimethylglyoximat verwendet. Dieses Reagenz ist spezifisch für Nickel und bildet einen schwerlöslichen Komplex. Die Reaktion findet bei schwach ammoniakalischem Milieu statt. Der Komplex heisst Bis(dimethylglyoximato)nickel(II) und ist himbeerfarben.

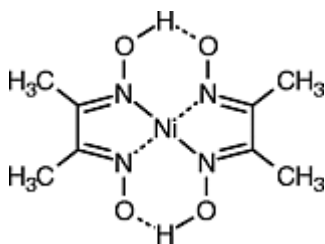
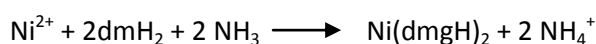


Abbildung 1:
Bis(dimethylglyoximato)nickel(II)

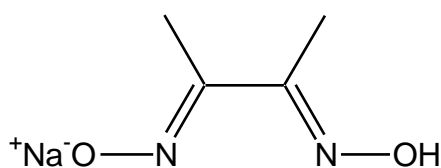


Abbildung 2: Natriumdimethylglyoximat

Das Eisen muss mit Weinsäure maskiert werden. Dies wird durch Komplexierung erreicht.

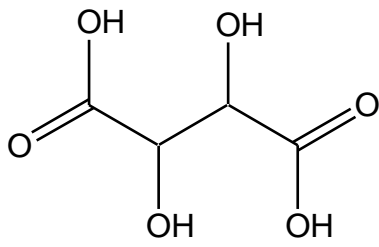


Abbildung 3: Weinsäure

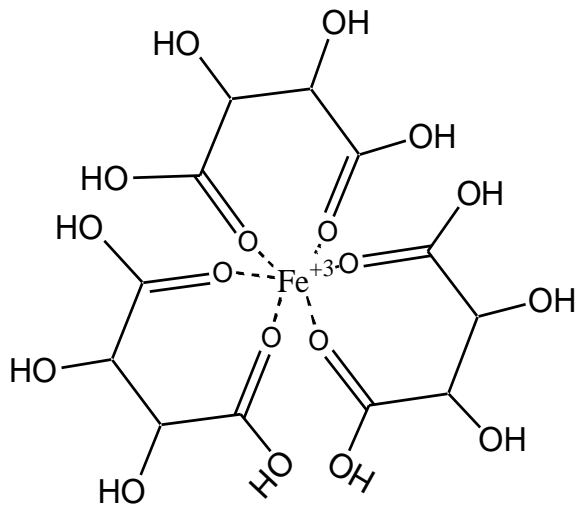


Abbildung 4: Komplex mit Eisen

2.3 Formeln

Mittelwert:

$$x_m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

Standardabweichung einer Einzelmessung:

$$s_x = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - x_m)^2}$$

Standardabweichung des Mittelwertes:

$$s_m = \frac{1}{\sqrt{n}} * s_x$$

Vertrauensintervall des Mittelwertes:

$$\mu = s_m * t$$

Nickelgehalt:

$$c = \frac{m(\text{Komplex}) * M(\text{Nickel})}{M(\text{Komplex}) * m(\text{Stahl})} * 100$$

m (Komplex) : Masse vom Komplex (Auswaage)

m (Stahl) : Masse von dem eingewogenem Stahl

M (Komplex) : Molare Masse Komplex

M (Nickel) : Molare Masse Nickel

3 Praktischer Teil

3.1 Chemikalien

Stoff	Menge	Bezugsquelle	Qualität
Stahl	1000 mg	Herr Meier	
Salpetersäure	50 ml	Labor	Konz.
Salzsäure	50 ml	Labor	Konz.
Ammoniak	150 ml	Labor	Konz.
Weinsäure	80 ml	Schalter	1 Mol/L
Natriumdimethylglyoximat-Lösung	100 ml	Schalter	0.1 Mol/L
Millipore-Wasser	1000 ml	Labor	Ultrapur
Aceton	20 ml	Labor	technisch

3.2 Material

- Exsikkator
- Präzisionswaage
- Heizplatte
- Bechergläser
- Trockenschrank
- Magnetrührer
- Bürette
- Vollpipette

3.3 Durchführung

Zu Beginn werden die Glasfertierteigel bis zur Gewichtskonstanz bei 110 Grad im Trockenschrank getrocknet und bis zum Versuchsbeginn im Exsikkator aufbewahrt. Anschliessend werden die Taras aufgeschrieben.

Die Metallspäne müssen entfettet sein und werden dazu in Aceton gebadet. Es werden anschliessend 250 mg Späne abgewogen. Diese können mit je 10 ml Salzsäure und Salpetersäure gelöst werden. Wegen den entstehenden nitrosen Gasen muss dieser Vorgang unter dem Abzug durchgeführt werden. Die Lösung wird solange erhitzt, bis alle Gase ausgetrieben sind.



Abbildung 5: aufgeschlossener Stahl

Anschließend wird die Lösung in ein Becherglas gegeben und mit Zugabe von 20 ml Weinsäurelösung wird das enthaltene Eisen maskiert. Die Lösung wird mit 2ml Salzsäure angesäuert, nachher durch



Abbildung 6: Nach Zugabe der Weinsäure

den basischen Bereich gebracht. Anschließend mit einem Uhrglas bedeckt und 10 Minuten unter Rühren stehen gelassen.

Zugabe von 200 ml Millipore-Wasser verdünnt und mit etwa 40 ml Ammoniak in einen pH von 3-4 gebracht. Die Lösung wird bis zum Siedepunkt erhitzt.

In diesem Zustand wird das Fällungsreagenz zugegeben. Die 25 ml werden in eine Bürette gegeben und sehr langsam zugegeben. Ist der pH zu tief oder das Fällungsreagenz zu schnell zugegeben fällt nichts aus.

Der pH wird nach der Zugabe vom Reagenz mit Ammoniaklösung in



Abbildung 7: Niederschlag

Um sicher zu gehen ob die Fällung vollständig ist, wird nochmals 0,5 ml Reagenz zugegeben.

Der Niederschlag kann dann abfiltriert und mit kaltem und warmem Wasser gespült werden. Nachher wird das Produkt im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

3.4 Berechnungen

Tara Tiegel	Masse Tiegel	Masse Komplex
28.823	28.957	0.135
23.983	24.127	0.144
27.047	27.194	0.147
30.862	31.006	0.144
Mittelwert		0.142

$$S_x = 0.0052\text{g}$$

$$0.142\text{g} \pm 0.016\text{g} (n=4, 95\%)$$

[m] Komplex in g	[MM] Ni g/mol	[MM] Komplex g/mol	[m] Stahl	[w] Massenanteil %
0.135	58.7	288.87	0.262	10.46
0.144	58.7	288.87	0.251	11.65
0.147	58.7	288.87	0.256	11.67
0.144	58.7	288.87	0.257	11.38
Mittelwert				11.29

Nickelbestimmung

Ni-Gehalt [%]				
11.65				
11.67				
11.38				
10.46				
Mittelwert [%]	STABW(EW)	STABW(MW)	t(95%,4)	Vertrauensbereich
11.29	0.569	0.284	3.18	0.9

11.3 % ± 0.9 (n=4; 95%)

Berechnungsbeispiele:

$$\text{Mittelwert: } \frac{11.65 + 11.67 + 11.38 + 10.46}{4} = 11.29\%$$

Standardabweichung:

$$\sqrt{\frac{(11.65 - 11.29)^2 + (11.67 - 11.29)^2 + (11.38 - 11.29)^2 + (10.46 - 11.29)^2}{4 - 1}} = 0.569\%$$






Standardabweichung vom Mittelwert:

$$\frac{1 \cdot 0.569}{\sqrt{4}} = 0.284$$

Vertrauensbereich: $0.284 \cdot 3.18 = 0.9$

$$\text{Nickelbestimmung: } \frac{0.144 \cdot 58.7}{288.87 \cdot 0.257} \cdot 100 = 11.38 \%$$

3.5 Sicherheitsdaten

Stoff	R-Sätze	S-Sätze	Ökologie	Schutzmassnahmen	Entsorgung
Salpetersäure 	35	23.2-26-36/37/39-45	Schwach wassergefährdend	Labormantel, Schutzbrille	Anorganische Abfälle
Salzsäure 	34-37	26-36/37/39-45	Schwach Wassergefährden	Labormantel, Schutzbrille	Anorganische Abfälle
Ammoniak 	35	26-30-45	Nicht in den Abfluss	Labormantel, Schutzbrille	Spezialabfall anorganische Abfälle
Weinsäure 	36	24/25	Schwach wassergefährdend	Labormantel, Schutzbrille	Feste organische Abfälle
Aceton 	11-36-66-67	2-9-16-26	Schwach wassergefährdend	-	Flüssige organische Abfälle

3.6 Diskussion und Ausblick

Zu Beginn hatten wir Probleme, um einen basischen pH zu erreichen. Jedoch merkten wir schnell, dass es in der Versuchsvorschrift einen Fehler hatte und anstatt verdünnte Ammoniaklösung wechselten wir dann zu konzentrierter Lösung. Zudem bemerkten wir, dass es zur Fällung wirklich wichtig ist, den richtigen pH zu haben. Es darf auf keinen Fall zu sauer sein.

4 Literaturangaben

Udo R.Kunze, Georg Schwedt, Grundlagen der qualitativen und quantitativen Analyse

Laborpraxis Band 4, analytische Methoden

Einführung in das anorganisch-chemische Praktikum (einschl. der quantitativen Analyse) von Gerhart Jander (Autor), Ewald Blasius (Autor), Joachim Strähle (Autor)