Stanovení obsahu chromu a niklu titrační metodou v galvanických lázních

Ing. Veronika Mrňová
Hanna Instruments Czech s.r.o., Mezi Vodami 1903/17a, 143 00 Praha 12
www.hanna-instruments.cz. v.mrnova@hanna-instruments.cz, +420 725 865 141

Galvanické pokovování je v dnešní době hodně rozšířené. Chrom a nikl se široce používá v mnoha oblastech pro jejich specifické vlastnosti, jako je vysoká tvrdost, odolnost proti opotřebení a korozi. Dekorativní vzhled je další z mnoha jejich výhod. Zvláště chrom je pro tuto vlastnost velmi oblíben v galvanickém pokovování. Nabývá mnoha odstínů, od jasně lesklé až po kouřově černou. Nespornou výhodou chromu je jeho hospodárnost, jednoduchost a efektivnost. Naopak jeho velkou nevýhodou je, že při procesu dochází k uvolňování šestimocného chromu, který je škodlivý pro člověka i životní prostředí. Abychom dosáhli požadovaného vzhledu konečného výrobku galvanickým pokovováním, musíme měřit správný obsah chromu a niklu v lázních. A proto naše společnost vyvinula pro snadné, rychlé a spolehlivé stanovení chromu a niklu automatický potenciometrický titrátor, včetně příslušných elektrod potřebných k měření.

Firma Hanna Instruments

Firma Hanna Instruments navrhuje, vyrábí a prodává přístrojovou techniku používanou při mnoha analýzách v různých průmyslových odvětvích, včetně laboratoří. Společnost byla založena roku 1978 v Itálii a nyní sídlí ve Woonsocket, RI, USA. Během posledních čtyř desetiletí společnost vytvořila působivou celosvětovou infrastrukturu, která se skládá ze 4 výrobních závodů, 3 výzkumných a vývojových center a 47 specializovaných prodejních a technických kanceláří po celém světě. Produkty společnosti Hanna Instruments mají tradici na českém trhu více jak 20 let.

Automatický potenciometrický titrační systém (pH/mV/ISE)

Potenciometrické titrátory řady HI931/HI932 jsou přesnou odpovědí na Vaše zvýšené požadavky na titraci. Přístroj lze plně nastavit dle nároků uživatele, umožňuje přesné a intuitivní měření. Titrace lze provádět pomocí řady publikovaných ISO norem jedním stiskem tlačítka, zároveň lze také provádět přímé měření a zpětnou titraci komplexních vzorků. Pro zvýšení automatizace lze model titrátoru HI932 propojit s Autosamplerem HI922.

Obr. 1: Sestava automatického potenciometrického titrátoru spolu s Autosamplerem Model řady: HI932 + HI922

Automatické titrátory mají hned několik výhod oproti klasické ruční titraci:

- Zkrácení časových prostojů a zvýšení přesnosti při vícenásobné postupné analýze.
- S HI922 Autosamplerem lze měřit až 18 vzorků kontinuálně.
- Cycoloy® tělo přístroje je tepelně, mechanicky a chemicky odolné.
- Malý rozměr umožňuje optimalizaci pracovní plochy a tím zvýšení produktivity.
- Virtuální klávesy na displeji umožňují jednoduchou a rychlou navigaci mezi obrazovkou a menu.
- Dynamické dávkování umožňuje přesné výsledky díky závislosti mezi množstvím dávkovaného titrantu a odpovědí v mV na základě titrační reakce.

Efektivnější testování:

- Zkrácení časových prostojů a zvýšení přesnosti výsledků lze dosáhnout na základě vícenásobné kontinuální analýzy. Funkce „*Linked method*“ umožňuje průběh dvou analýz současně včetně přímého měření, titrace do fixního koncového bodu, vícenásobné titrace do bodu ekvivalence (až 5 bodů) a zpětné titrace. Zároveň přístroj umožňuje sledovat průběh titrační křivky v reálném čase. To je výhodné zejména při testování nových metod nebo optimalizaci metod.
- Před další dávkou titrantu je snímána stabilizace odpovědi titrační reakce v mV, to zaručuje spolehlivé výsledky po celou dobu titrace.
- Automatické dávkování reagentu peristaltickým čerpadlem nebo byretou, lze naprogramovat k dávkování reagentu před titrací nebo během analýzy i po ní. Lze tak dosáhnout konzistentních a přesných výsledků, zároveň dochází k prevenci chyb operátora.
- K přístroji lze připojit váhy pro automatické zadání hmotnosti vzorku nebo tiskárnu pro tisk reportu přímo z titrátoru. Model HI932 umožňuje podporu dvou analogových desek.
- Flexibilní GLP management umožňuje zadat pro každý vzorek: označení vzorku, jméno operátora a firmy, datum, čas a mnoho dalších informací.
- USB port nebo přímé spojení s počítačem slouží pro přenos titračních metod, reportů a upgrade softwaru.

Stanovení obsahu chromu a niklu v pokovovacích lázních

Stanovení obsahu chromu a niklu v pokovovacích lázních i odpadních vodách lze provádět potenciometrickou titrací dané lázně. Pomocí titrace můžeme určit obsah niklu, celkové množství chromu i chromu šestimocného Cr^{6+}. Chrom trojmocný Cr^{3+} lze určit pomocí výpočtu, kdy se odečtou výsledky titrace celkového chromu a chromu šestimocného. Stanovení niklu a chromu vychází z platných ISO norem.

Stanovení celkového, šestimocného a trojmocného chromu vychází z principu potenciometrické titrace vzorku odměrným roztokem thiosíranu sodného za pomoci úpravy vzorku vhodnými reagenciemi jako jsou hydrogendifluorid amonný, jodid draselný, kyselina chlorovodíková, peroxid sodný a kyselina sírová. Pro správnou detekci daného chromu potřebujeme zvolit vhodnou oxidačně-redukční (ORP) elektrodu. Na základě přímé titrace vzorku odměrným roztokem dojde k bodu ekvivalence a vyhodnocení obsahu chromu v daných jednotkách. Nejčastěji se obsah celkového, šestimocného a trojmocného chromu vyjadřuje v jednotkách ppm (mg/l). Uživatel si však může na potenciometrickém titrátoru nastavit vlastní jednotku výsledku.

Stanovení obsahu niklu v galvanických lázních vychází z principu potenciometrické titrace vzorku odměrným roztokem kyseliny ethylendiamintetraoctové (EDTA) za úpravy vzorku hydroxidem amonným a přidáním vhodného indikátoru. U stanovení obsahu niklu lze volit pro detekci bodu ekvivalence ze dvou typů elektrod, iontově selektivní elektrodou (ISE) a fotometrickou elektrodou o přesně definované vlnové délce.

Obr. 2: Automatický titrátor model HI932 v rozšířené verzi o dvě analogové desky

Technická data potenciometrického titrátoru:

Model titrátoru HI932 funguje jako titrátor, pH metr, mV/ORP metr a ISE metr. V laboratoři ušetříte cenné pracovní plochy a u jednoho vzorku můžete testovat více parametrů najednou. Díky Hanna Clip-Lock®

systému zabere výměna titrantu jen pár sekund bez rizika křížové kontaminace. Titrátor je standardně dodáván s 25 ml byretou, lze ji však nahradit byretami o objemu 5 ml, 10 ml nebo 50 ml.

pH	Rozsah	-2,000 až 20,000 pH
	Rozlišení	0,1; 0,01; 0,001 pH
	Přesnost (25 °C)	±0,0001 pH
	pH kalibrace	až 5-ti bodová
mV	Rozsah	-2000,0 až 2000,0 mV
	Rozlišení	0,1 mV
	Přesnost (25 °C)	±0,1 mV
	mV kalibrace	jednobodová
ISE	Rozsah	$1 \cdot 10^{-6}$ to $9{,}99 \cdot 10^{10}$
	Rozlišení	1; 0,1; 0,01
	Přesnost (25 °C)	±0,5 % monovalentví; ±1 % divalentní
	ISE kalibrace	až 5-ti bodová
Teplota	Rozsah	-5,0 až 105,0 °C
	Rozlišení	0,1 °C
	Přesnost (25 °C)	±0,1 °C
Modely	1 analogová deska	HI931-02; HI932C1-02
	2 analogové desky	HI932C2-02
Příslušenství		Byreta o objemu: 5 ml; 10 ml; 25 ml; 50 ml
		Dávkovací čerpadlo
		Dávkovací čerpadlo s peristaltickou pumpou
		Autosampler model HI922
		Stojan a držák elektrod

Firma Hanna Instruments Czech s.r.o. má stabilní servisní oddělení pro zákazníky v ČR a SK. Zajišťujeme záruční i pozáruční servis. Klademe velký důraz na firemní instalaci přístrojů, zaškolení obsluhy a periodické prohlídky, případně kalibrace. Součástí našich servisních služeb jsou i služby kalibrační.
Jen správně nainstalovaný přístroj, dostatečně zaškolená obsluha a přítomnost servisu může zaručit plnohodnotné využití automatického titračního systému a přesných výsledků.