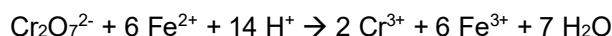


Bestimmung von Chrom in Galvanikbädern

Beschreibung

In Galvanikbädern zur Verchromung muss der Chromgehalt regelmäßig kontrolliert werden. Die Titration von Chrom (VI) kann durch direkte Titration mit Ammoniumeisen (II) sulfat im Sauren erfolgen. Dabei wird das Fe^{2+} durch das Cr (VI) zum Fe^{3+} oxidiert:



Cr (III) muss vor der Titration zu Cr (VI) oxidiert werden. Dies erfolgt am besten durch Kochen mit Ammoniumperoxodisulfat.

Soll Cr (III) neben Cr (VI) bestimmt werden, teilt man die Probe und bestimmt in einer Teilmenge den Gehalt Cr (VI), in einer weiteren Teilmenge nach Oxidation mit Peroxodisulfat den gesamten Chrom-Gehalt. Der Gehalt Cr(III) lässt sich aus der Differenz berechnen.

Die Angabe des Chrom (VI)-Gehaltes erfolgt in g / L CrO_3 . Cr (III) wird in g / L Cr_2O_3 angegeben.

Geräte

Titration	TL 7000, TL 7750 oder TL7800
Elektrode	Pt 62
Kabel	L 1 A
Rührer	Magnetrührer TM 235 oder ähnliche
Laborgeräte	Becherglas 150 ml
	Magnetrührstab 30 mm

Reagenzien

1	Ammoniumeisen (II) sulfat – Lösung, $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 0,1 mol/L
2	Schwefelsäure konz. (96%)
3	Ammoniumperoxodisulfat
4	Elektrolytlösung L3004 (für Pt 62)
5	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein.	

Durchführung der Titration

Reagenzien

Ammonium Eisen (II) sulfat – Lösung 0,1 mol/L

47,1g $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \times 6 \text{ H}_2\text{O}$ werden in ca. 750 mL dest. Wasser und 20 mL konz. H_2SO_4 gelöst. Nach dem Abkühlen wird die Mischung mit dest. Wasser auf 1,0 L aufgefüllt.

Ammonium Eisen (II) sulfat – Lösung 0,1 mol/L ist auch als fertige Maßlösung erhältlich.

Die Titerbestimmung erfolgt wie in der Applikation „Titerbestimmung von Ammonium Eisen (II) sulfat“ beschrieben.

Reinigung der Elektrode

Die Elektrode wird mit destilliertem Wasser gereinigt. Für die Lagerung der Pt 62 eignet sich die Elektrolytlösung L300.

Probenvorbereitung Chrom (VI)

Die Probe wird in ein 150 mL Becherglas pipettiert, 10 mL Schwefelsäure konz. zugegeben und mit dest. Wasser auf ca. 60 - 80 mL aufgefüllt. Anschließend wird die Lösung mit Ammonium Eisen (II) sulfat 0,1 mol/L bis zu einem Äquivalenzpunkt titriert.

Die benötigte Probenmenge kann nach dieser Faustformel abgeschätzt werden:

$$V(\text{mL}) = \frac{350 * \text{Titer} \left[\frac{\text{mol}}{\text{L}} \right]}{\text{erwarteter } \text{CrO}_3 - \text{Gehalt} [\text{g/L}]}$$

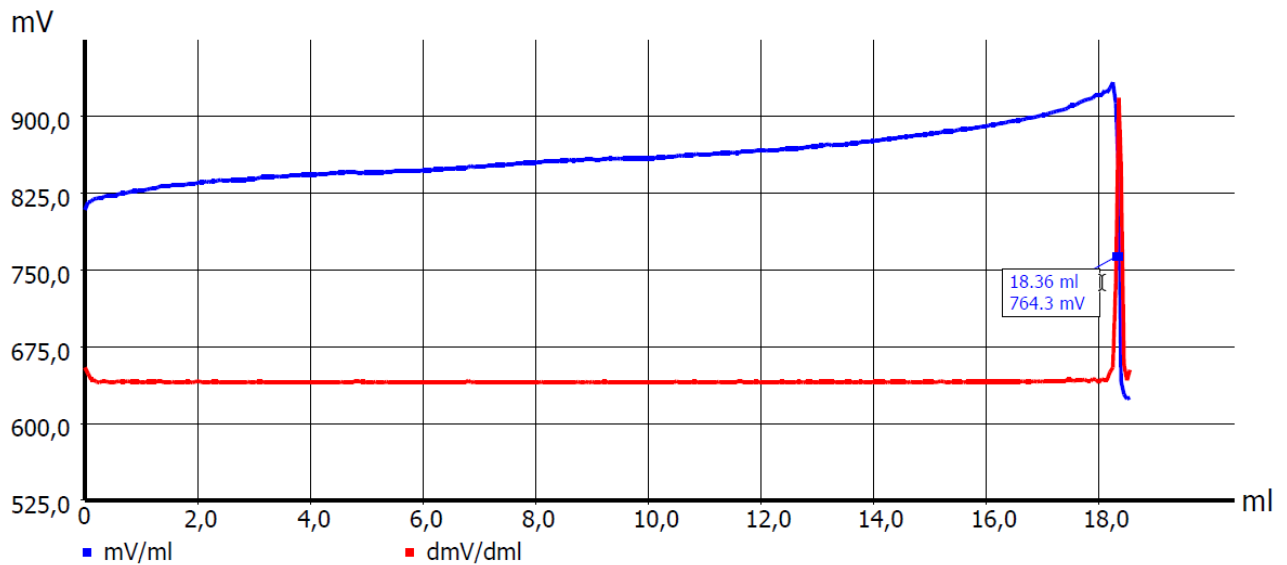
Probenvorbereitung Chrom (III) und Gesamtchrom

Zur Bestimmung von Chrom (III) bzw. dem gesamten Chrom muss das enthaltene Cr (III) zunächst mit Ammoniumperoxodisulfat zu Cr (VI) oxidiert werden.

Die gleiche Menge Probe, wie sie auch für die Cr (VI) – Bestimmung verwendet wurde, wird in ein 250 mL Becherglas pipettiert, 10 mL Schwefelsäure konz. zugegeben und mit dest. Wasser auf ca. 150 mL aufgefüllt. 2 – 2.5g Ammoniumperoxodisulfat werden zugegeben und die Lösung ca. 20 min zum Sieden erhitzt. Durch das Erhitzen wird überschüssiges Peroxodisulfat zerstört.

Anschließend wird die Lösung mit Ammonium Eisen (II) sulfat 0,1 mol/L bis zu einem Äquivalenzpunkt titriert.

Titrationsparameter



Standardmethode	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Linear		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	1 s
		Max. Wartezeit	10 s
		Messzeit	1 s
		Drift	50 mV/min
Startwartezeit	5 s		
Lineare Schrittweite	0,05 mL		
Dämpfung	keine	Titrationsrichtung	fallend
Vortitration	Aus*	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	1000
Max. Titrationsvolumen	20 mL		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

* gegebenenfalls kann eine Vortitration eingestellt werden. Das vortitrierte Volumen sollte so bemessen sein, dass vor dem EQ noch min. 1 ml linear titriert wird.

Berechnung Chrom (VI):

Chrom (VI) wird als CrO_3 berechnet.

$$\text{CrO}_3 \text{ [g/L]} = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{V * F2}$$

B	0	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titriermittels
M	99,99	Molekulargewicht CrO_3
V	man	Probenvolumen [mL]
F1	1	Umrechnungsfaktor 1
F2	3	Umrechnungsfaktor 2

Berechnung Gesamt-Chrom:

Gesamt-Chrom nach Oxidation der Probe mit Peroxodisulfat wird als CrO_3 berechnet:

$$\text{CrO}_3 \text{ [g/L]} = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{V * F2}$$

B	0	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titriermittels
M	99,99	Molekulargewicht CrO_3
V	man	Probenvolumen [mL]
F1	1	Umrechnungsfaktor 1
F2	3	Umrechnungsfaktor 2

Berechnung Chrom (III)

Chrom (III) wird aus der Differenz Gesamt-Chrom – Chrom (VI) als Cr_2O_3 berechnet:

$$\text{Cr}_2\text{O}_3 \text{ [g/L]} = \frac{(\text{Cr}_{\text{ges}} - \text{Cr(VI)}) * M_{\text{Cr}_2\text{O}_3}}{M_{\text{CrO}_3}}$$

$\text{Cr}_{\text{(ges)}}$		Gesamt-Chrom in g/L CrO_3
Cr(IV)		Chrom (VI) in g/L CrO_3
$M_{\text{(CrO}_3\text{)}}$	99,99	Molekulargewicht CrO_3
$M_{\text{(Cr}_2\text{O}_3\text{)}}$	151,99	Molare Masse von Cr_2O_3