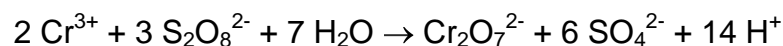


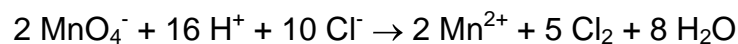
# Volumetrische Bestimmung von Chrom In Guß oder Stahl

## Grundlagen

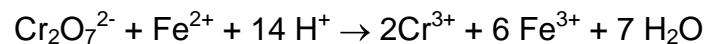
In Gegenwart von  $\text{AgNO}_3$  werden  $\text{Cr}^{3+}$  Ionen in schwefelsaurer Lösung durch  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  zu  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  oxidiert. Das  $\text{AgNO}_3$  dient als Katalysator, dass die Reaktion vollständig abläuft.



Vor der Reduktion des  $\text{Cr}^{6+}$  wird das überschüssige  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  durch Kochen zerstört. Das bei Anwesenheit von Mn gebildete rote Permanganat wird durch NaCl reduziert; die rote Farbe verschwindet. Das Chromat wird nicht reduziert.



Nach Zugabe des Redoxindikators Natriumdiphenylamin-p-sulfonat wird von violett nach grün titriert. Das  $\text{Cr}^{6+}$  wird in stark saurer Lösung durch die Fe-II-sulfat-Maßlösung zum  $\text{Cr}^{3+}$  reduziert, das Fe-II wird zum Fe-III oxidiert.



Der Redoxindikator hat die Aufgabe den Äquivalenzpunkt sichtbar zu machen. Redoxindikatoren sind organische Farbstoffe, die durch Oxidation oder Reduktion reversibel ihre Farbe ändern; sie stellen selbst ein Redoxsystem dar. Natriumdiphenylamin-p-sulfonat ist in der oxidierten Form vorliegend violett, reduziert wird er farblos. Die violette Farbe verschwindet am Äquivalenzpunkt die chinoiden Form des Indikators wechselt durch Reduktion in die benzoide Form und der Indikator wird dann farblos. Die grüne Farbe kommt vom dreiwertigen Chrom.

## Chemikalien

Mischsäure für den Aufschluß bestehend aus:

56ml dem. Wasser, 12 ml conc. Schwefelsäure und 12 ml conc. Phosphorsäure.

Zur Oxidation wird benötigt:

20 ml 15%ige  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ - Lösung und 5 ml 0,1 mol/l  $\text{AgNO}_3$ - Lösung, 4 Glasperlen.

Zur Reduktion des Permanganates wird benötigt: NaCl

Zur Redox Titration wird benötigt:

10 ml conc. Phosphorsäure, 10 Tropfen Natriumdiphenylamin-p-sulfonat, Eisen-II-sulfat- Maßlösung  $c = 0,1 \text{ mol/l}$

Zur Titerbestimmung der Eisen-II-sulfatlösung:

Kaliumdichromatlösung  $c = 1/60 \text{ mol/l}$ .

## Versuchsdurchführung

### Aufschluß

Aufschlusslösung 1 = 1,2492 g

Aufschlusslösung 2 = 1,3595 g

der Probe wurde mit der Analysenwaage in ein 300 ml Erlenmeyerkolben eingewogen (Wägebapier).

Die Proben wurden dann mit der Mischsäure versetzt und langsam auf der Heizplatte zum Sieden erwärmt (Abzug). Bis zur SO<sub>2</sub>-Nebelbildung eindampfen und dann abkühlen lassen.

### Oxidation des Chrom

Den Aufschluß auf 150 ml mit dem. Wasser auffüllen. Dann 20 ml 15%ige (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>-Lösung, 5 ml 0,1 mol/l AgNO<sub>3</sub>-Lösung und 4 Glasperlen hinzugeben. Achtung! Wenn bei der AgNO<sub>3</sub> Zugabe AgCl ausfällt muß solange hinzugegeben werden bis nichts mehr ausfällt; sonst keine Katalysatorwirkung. Die Lösung wird zum Sieden erhitzt und färbt sich rot. Das Mangan wird zum Permanganat oxidiert und das Chrom liegt als Chromat vor.

### Reduktion des Permanganats

Durch Zugabe von NaCl- Salz wird die Lösung zum Sieden erhitzt, das Permanganat wird reduziert während das Chromat stabil bleibt. Lösung abkühlen lassen. Der AgCl-Niederschlag hat sich zusammengeballt und setzt sich ab.

### Titration

Nach Zugabe von 10 ml conc. Phosphorsäure und 10 Tropfen Natriumdiphenylamin-p-sulfonat-Indikator wird die Lösung mit Eisen-II-sulfat- Maßlösung c = 0,1 mol/l von violett nach grün titriert.

### Titerbestimmung

Verbrauch an (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> -Lösung c<sub>Fe</sub> = 0,10 mol/l, Vorlage von V<sub>Di</sub> = 25 ml K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> -Lösung c<sub>Di</sub> = 1/60 mol/l.

	Verbrauch an (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> Fe(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> -Lösung
Titration 1	Vorlage 10 ml 9,65 ml
Titration 2	24,50 ml
Titration 3	24,80 ml

Beispiel Titerberechnung:

$$c_{Fe} = \frac{V_{Di} * c_{Di} * f_T}{V_{Fe}} = \frac{25 \text{ ml} * \frac{1}{60} \frac{\text{mol}}{\text{l}} * 6}{24,50 \text{ ml}} = 0,1020 \frac{\text{mol}}{\text{l}}$$

$$t = \frac{c(\text{ist})}{c(\text{soll})} = \frac{0,1014 \text{ mol / l}}{0,10 \text{ mol / l}} = 1,020 \text{ mol / l}$$

Durchschnittswert für alle Titerbestimmungen: **1,021 mol/l**

### Berechnung des Chromgehalts

1 ml 0,1 mol/l Fe-II-sulfatlösung entsprechen 4,9032 mg  $K_2Cr_2O_7$ ;  
 4,9032 mg  $K_2Cr_2O_7$  entsprechen 4,9032 mg  $\cdot 0,3535 = 1,7332$  mg Cr

Berücksichtigung des Titers:

1 ml 0,1021 mol/l Fe-II-sulfatlösung entsprechen 1,021  $\cdot 1,7332$  mg = 1,769 mg Cr.

Beispiel: Aufschlusslösung 1

Einem Verbrauch von 4,8 ml Fe-II-sulfatlösung entsprechen

4,8 ml  $\cdot 1,769$  mg /ml = 8,49 mg Chrom.

$$w_{(Cr)} = (m_{(Cr)} / m_{(Einwaage)}) \cdot 100\%$$

$$w_{(Cr)} = (8,49 \text{ mg} / 1249,2 \text{ mg}) \cdot 100\% = 0,68\%$$

#### Messtabelle (Volumetrie)

	Einwaage der Probe [g]	Verbrauch Fe-II-sulfat-Lsg. [ml]	Chromgehalt [mg]	W(Cr) [%]
Aufschluss- lösung 1	1,2492	4,8	8,49	0,68
Aufschluss- lösung 2	1,3595	5,4	9,55	0,70

Der Mittelwert der Messungen liegt bei 0,69%

Die Probe hat einen Chromgehalt von **0,69%**