



Verfasser: ZVO AK Cr(VI)

Anwendbar für: Farblose und farbige chromatierte Beschichtungen
mit und ohne Versiegelungen

Analyt: Cr(VI)

Qualitative Cr(VI)-Bestimmung von chromatierten Schichten auf Bauteilen mittels Tüpfeltest

A Prinzip der Methode

Cr(VI) oxidiert 1,5-Diphenylcarbacid zu 1,5-Diphenylcarbazon, welches mit dem entstandenen Cr(III) einen violett gefärbten Komplex bildet.

B Ausführung

1 Reagenzien

12,0 ml VE-Wasser (Millipore-Qualität)

10,0 ml Aceton z. A.

10,0 ml Ethanol (96 %), z. A.

0,2 g 1,5-Diphenylcarbacid (Merck No. 1.03091.0025)

8,0 ml ortho-Phosphorsäure (87 %) (z. B. Riedel de Haen Bestell-Nr. 30417)

Alle Chemikalien werden gut miteinander vermischt. Die Lösung sollte nicht älter als 8 h sein.

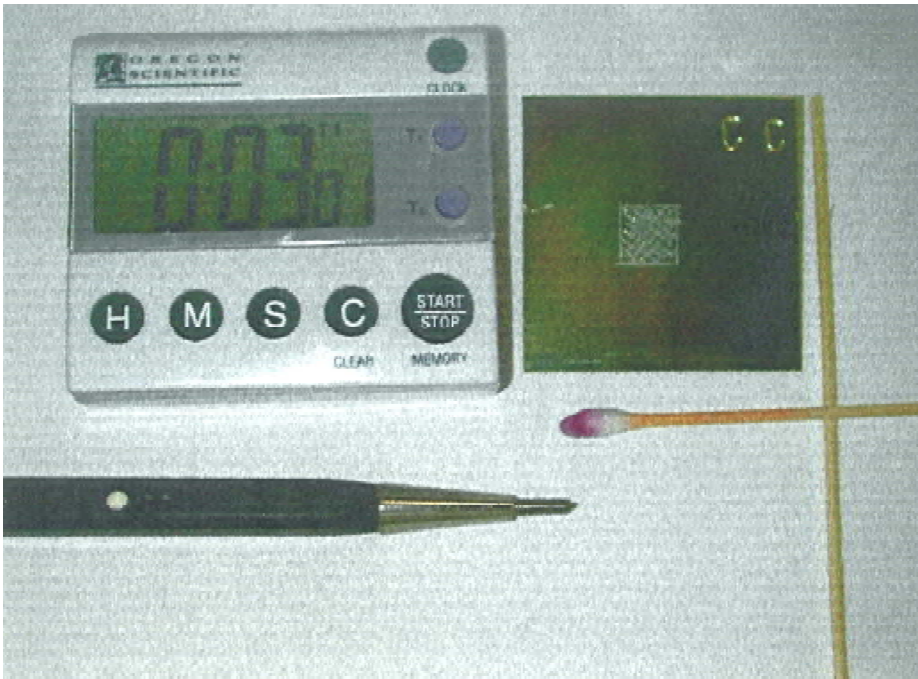
2 Geräte

Wattestäbchen (z. B. NeoLab, Bestell-Nr. 20001021)

Diamantschreiber (z. B. DS3 Merck Bestell-Nr. 811GO110)

Lineal

3 Durchführung



Die Testoberfläche sollte frei von alten Verunreinigungen, Fingerabdrücken und anderen äußeren Verschmutzungen sein. Wenn die Oberfläche mit Öl verunreinigt ist, sollte es vor dem Test mit einem geeigneten Lösungsmittel bei Raumtemperatur beseitigt werden und anschließend mit ölfreier Preßluft trocken geblasen werden.

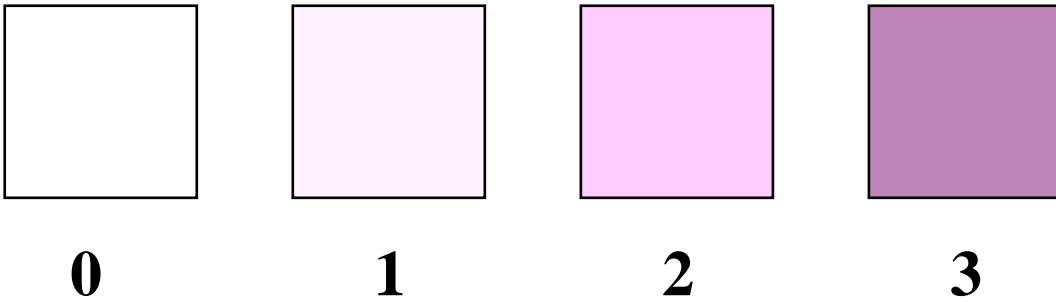
Mittels Diamantschreiber, der vor jeder Messung gründlich mit 5 N HNO_3 zu reinigen ist (*Cr(VI)*-Verschleppung!), wird ein Quadrat von etwa 1 cm Kantenlänge in die Oberfläche des Prüflings geritzt. Anschließend wird die Oberfläche innerhalb des Quadrates diagonal 15 bis 20 mal eingeritzt und dann nochmals im rechten Winkel 15 bis 20 mal.

Dabei werden eventuell vorhandene Versiegelungen zerstört.

Ein Wattetupfer wird mit dem Reagenz gut getränkt und 1 min über die aufgeraute Fläche gerieben. Dabei wird der Tupfer etwas angedrückt und gedreht, so daß etwa 1/3 bis die Hälfte der Watte mit dem eventuell vorhandenen *Cr(VI)* in Berührung kommt.

Durch die Intensität der Rosafärbung, nach ca. 2 bis 3 min, kann man den *Cr(VI)*-Gehalt in der Schicht abschätzen (siehe Farbskala auf der nächsten Seite).

Zur Sicherheit sollte diese Prozedur zweimal wiederholt werden.

4 Auswertung

Farbskala	Beobachtung	Meßbereich	Bewertung
0	Farblos	$< 0,02 \mu\text{g}/\text{cm}^2$	kein Cr(VI) nachweisbar; Teil gilt als Cr(VI)-frei
1	Hauch rosa	$< 1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$	Cr(VI)-Bestimmung nach Methode ZVO-0101-UV-05 muss durchgeführt werden
2	Hellrosa	$> 5 \mu\text{g}/\text{cm}^2$	Teil ist Cr(VI)-haltig
3	Kräftig rosa	$> 10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$	Teil ist Cr(VI)-haltig

Bemerkung:

Für die Bewertung kann die Farbskala des Cyanidtestkits von Merck (Bestell-Nr. 1.10044.0001) verwendet werden.