

Chemische Analyse von Kupfer und Kupferlegierungen
**Bestimmung von Kupfer in Kupfer-Knetlegierungen
 und Kupfer-Gußlegierungen**

DIN
50503

ICS 77.040.30; 77.120.30

Ersatz für
DIN 50503 : 1980-08

Deskriptoren: Chemische Analytik, Kupfer, Kupferlegierung, Kupfergehalt

Chemical analysis of copper and copper alloys — Determination of copper in wrought and cast copper alloys

Analyse chimique du cuivre et des alliages du cuivre — Dosage du cuivre dans les alliages de cuivre corroyés et moulés

Vorwort

In dieser Norm bedeutet % bei Angabe von Gehalten Masseanteile in Prozent.

Diese Norm ist vom Arbeitsausschuß NMP 111 „Analyse von Kupfer und Kupferlegierungen“ im Normenausschuß Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet worden.

Für die im Abschnitt 6 festgelegte Probenahme sind die in der einschlägigen Literatur beschriebenen Regeln und Verfahrensweisen anzuwenden. Herangezogen werden können z. B.:

- „Analyse der Metalle“ Bd. 3 (Probenahme), S. 374–381/2. Auflage, Berlin 1975;
- ASTM B 115-93.

Änderungen

Gegenüber DIN 53503 : 1980-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Präzisierende Angaben bei der Durchführung eingefügt.
- b) Redaktionelle Anpassungen durchgeführt.

Frühere Ausgaben

DIN 50503: 1980-08

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren nach dieser Norm dient der Bestimmung von Kupfer in Kupfer-Knetlegierungen und Kupfer-Gußlegierungen und ist auf alle derartigen Legierungen anwendbar, sofern sie keine Bestandteile enthalten, die unter den Bedingungen dieser Norm unlösliche kupferhaltige Rückstände bilden oder zusammen mit dem Kupfer elektrolytisch abgeschieden werden.

2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Probe wird in einem Gemisch von Borsäure, Flußsäure und Salpetersäure gelöst und das Kupfer in der Lösung elektrogravimetrisch bestimmt.

3 Geräte

Übliches Laborgerät und zusätzlich:

- Analysenwaage;
- Gleichstromquelle, z. B. Gleichrichter oder 6-Volt-Akkumulator. Bei Verwendung eines Gleichrichters empfiehlt es sich, zusätzlich eine Puffer-Batterie anzuschließen.
- Handelsübliches Elektrolysegerät mit aufgerauhter Platinnetzkatode und Platindrahtanode in Form einer Wendel mit 7 Windungen. Die Gesamthöhe beider Elektroden beträgt etwa 130 mm. Folgende Maße werden empfohlen:
 30 bis 50 mm Durchmesser und 50 bis 60 mm Höhe des zylindrischen Kathodenteiles.
 Etwa 1,3 mm Durchmesser des Kathodenstieles aus

Fortsetzung Seite 2

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Platin-Rhodium-, Platin-Iridium- oder Platin-Ruthenium-Legierung.

Das Platinnetz der Kathode weist etwa 100 bis 400 Maschen/cm² der Netzfläche auf und ist aus Platindraht mit einem Durchmesser von etwa 0,2 mm hergestellt. Zur Versteifung der Kathode ist der Netzrand an der oberen und unteren Begrenzung des Zylinderteiles etwa 3 mm umgebördelt oder auf eine andere geeignete Weise verstärkt.

Der Draht der Platinlegierung für die Anode ist mindestens 1 mm dick. Die Windungen weisen eine Gesamthöhe von etwa 50 mm und einen Durchmesser von etwa 12 mm auf.

- 400-ml-Becher, hohe Form, mit passendem Uhrglas und Uhrglashalbschalen als Deckel. Die Uhrglashalbschalen sind mit geeigneten Aussparungen für den Durchgang der Elektrodenstiele versehen.
- 5-ml-Meßzylinder aus flußsäurebeständigem Kunststoff.

4 Reagenzien

Es sind ausschließlich Reagenzien mit dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ und als Wasser ist destilliertes Wasser oder vollentsalztes Wasser (Deionat) zu verwenden. Lösungen ohne Angabe des Lösungsmittels sind wäßrige Lösungen.

4.1 Ammoniaklösung $\rho = 0,91$ g/ml; 25 %

4.2 Borsäurelösung: 40 g Borsäure H_3BO_3 werden zu 1 Liter gelöst.

4.3 Ethanol C_2H_5OH oder Methanol CH_3OH

4.4 Flußsäure H_2F_2 $\rho = 1,13$ g/ml; 40 %

4.5 Salpetersäure HNO_3 (1 + 1): 500 ml Salpetersäure $\rho = 1,40$ g/ml; (65 %) werden mit 500 ml Wasser verdünnt.

4.6 Salzsäure HCl $c(HCl) \approx 0,1$ mol/l

5 Probenahme

Die Art der Probenahme ist zwischen den betroffenen Parteien zu vereinbaren.

6 Durchführung

Es sind jeweils mindestens 2 Parallelbestimmungen durchzuführen.

Etwa 2,5 g der Probe, möglichst als feine Späne, werden auf 0,0001 g gewogen, in den 400-ml-Becher übergeführt und mit 15 ml Borsäurelösung (4.2), 2 ml Flußsäure (4.4), 30 ml Salpetersäure (4.5) und einem Tropfen Salzsäure (4.6) versetzt. Der Becher wird nun mit einem Uhrglas bedeckt und so lange stehengelassen, bis die Reaktion fast abgeklungen ist. Danach werden das Uhrglas und die Innenwand des Bechers sorgfältig mit etwa 50 ml Wasser abgespült und die Lösung bei wieder bedecktem Becher zum vollständigen Vertreiben der Stickstoffoxide etwa 5 min

gelinde gekocht. Dann wird die Lösung auf Raumtemperatur abgekühlt und mit Ammoniaklösung (4.1) bis zum Auftreten eines Niederschlages neutralisiert. Dann gibt man gerade soviel Salpetersäure (4.5) zu, daß der Niederschlag wieder in Lösung geht, danach weitere 20 ml Salpetersäure (4.5) im Überschuß und verdünnt die Lösung mit Wasser auf 300 ml.

Nun werden die bei $(110 \pm 3)^\circ C$ getrocknete und auf 0,1 mg gewogene Kathode und die Anode in die Lösung eingetaucht, der Becher wird mit den beiden Uhrglashalbschalen bedeckt, und es wird ohne Rühren bei einer Stromdichte von etwa $0,6 A/dm^2$ der eingetauchten Kathodenetzfläche elektrolysiert. Sobald die Lösung farblos wird, reduziert man die Stromdichte auf etwa $0,3 A/dm^2$, wäscht die Uhrglashalbschalen, die Elektrodenstiele und die Seiten des Bechers sorgfältig mit Wasser ab und setzt die Elektrolyse so lange fort, bis die Kupferabscheidung vollständig ist. Zur Überprüfung der Vollständigkeit der Kupferabscheidung senkt man die Kathode etwa 0,5 cm tiefer in die Lösung ein und beobachtet, ob auf dem blanken Platin eine Verfärbung durch eine Kupferabscheidung auftritt. Ist dies nicht der Fall, wird der Becher ohne Abschalten des Stromes schnell durch einen zweiten der gleichen Größe ausgetauscht, welcher etwa 350 ml Wasser enthält. Nach diesem Austausch wird die Elektrolyse weitere 15 min fortgesetzt. Dann wird die Kathode herausgenommen, in Ethanol oder Methanol gespült und im Wärmeschrank bei $(110 \pm 3)^\circ C$ etwa 3 bis 5 min getrocknet, abgekühlt und gewogen.

7 Auswertung

Der Gehalt an Kupfer $w(Cu)$ als Massenanteil in Prozent wird nach folgender Gleichung errechnet:

$$w(Cu) = \frac{m_1 - m_2}{m_E} \cdot 100 \quad (1)$$

Hierin bedeuten:

m_1 Masse der Platinkathode mit Kupferniederschlag in Gramm;

m_2 Masse der vorgetrockneten Platinkathode ohne Niederschlag in Gramm;

m_E Einwaage der Probe in Gramm.

8 Wiederholgrenze

Die Ergebnisse von Doppelbestimmungen sollen auf 0,07 % absolut übereinstimmen. Bei größeren Abweichungen sind die Bestimmungen zu wiederholen.

9 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

- a) Art und Bezeichnung der Probe;
- b) Art der Probenahme;
- c) Kupfergehalt der Probe als Massenanteil in %, Einzelwerte und Mittelwert;
- d) gegebenenfalls Abweichungen von dieser Norm;
- e) Prüfdatum.