

Chemische Analyse von Kupfer und Kupferlegierungen
Photometrische Bestimmung von Mangan
 in Kupferlegierungen mit höchstens 6 % Mangan

DIN
50 505

Chemical analysis of copper and copper alloys; photometric determination of manganese in copper alloys containing 6 % of manganese at maximum

Analyse chimique du cuivre et des alliages de cuivre; dosage photométrique du manganèse dans les alliages de cuivre à teneur maximale en manganèse de 6 %

Zusammenhang mit einer in Vorbereitung befindlichen Empfehlung der International Organization for Standardization (ISO), siehe Erläuterungen.

Die Angabe % bedeutet in dieser Norm Gewichts(Masse)-Prozent.

1. Zweck und Anwendungsbereich

Diese Norm dient der Bestimmung von Mangan in Kupferlegierungen und ist auf alle Kupferlegierungen mit einem Mangangehalt bis zu höchstens 6 % anwendbar, soweit sie unter den festgelegten Bedingungen löslich sind.

2. Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Probe wird in einem Gemisch von Borsäure, Flußsäure und Salpetersäure gelöst, Mangan mit Kaliumperjodat zum Permanganat oxidiert und photometrisch bestimmt.

3. Geräte

Analysenwaage

Meßkolben mit Kegelschliffhülse, z. B. nach DIN 12 664, mit Nenninhalten von 1 l, 250 ml und 100 ml

Vollpipetten auf Ablauf, z. B. nach DIN 12 690, mit Nenninhalten von 100 ml, 20 ml und 10 ml

25-ml-Meßpipette, z. B. nach DIN 12 697

25-ml-Bürette; z. B. Bürette S 25 x 0,05 A DIN 12 700

600-ml-Becher, hohe Form, z. B. nach DIN 12 331

Meßzylinder, z. B. nach DIN 12 680, mit Nenninhalten von 500 ml, 100 ml und 10 ml

250-ml-Erlenmeyerkolben, z. B. nach DIN 12 380

Exsikkator mit Silicagel als Trocknungsmittel

Wasserbad

Photometer mit 4-cm-, 2-cm- und 1-cm-Küvetten

4. Reagenzien

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

Säuregemisch, bestehend aus 300 ml Borsäurelösung (Gehalt 40 g Borsäure H_3BO_3 im Liter), 30 ml Flußsäure (Dichte 1,14 g/cm³), 500 ml Salpetersäure (Dichte 1,40 g/cm³) und 150 ml Wasser. Da diese Lösung Glas schwach angreift, ist es zweckmäßig, im Falle längerer Lagerung Kunststoff-Flaschen als Vorratsgefäße zu verwenden.

Verdünnungslösung, die 40 g Borsäure H_3BO_3 und 10 ml Schwefelsäure H_2SO_4 (Dichte 1,84 g/cm³) im Liter enthält. Zum Zerstören organischer Stoffe, die

Permanganat reduzieren könnten, wird die Lösung nach Zugabe einiger Kristalle Kaliumperjodat KJO_4 etwa 10 Minuten lang gekocht.

Anmerkung: Beim Verdünnen zinnhaltiger Lösungen mit dieser Verdünnungslösung treten keine Fällungen auf. Glas wird von der Verdünnungslösung nicht angegriffen. Dennoch empfiehlt es sich nicht, die Lösung länger als zur Messung erforderlich in den Küvetten zu belassen.

Salpetersäure (1 + 3), hergestellt durch Mischen von 1 Volumenteil Salpetersäure (Dichte 1,40 g/cm³), mit 3 Volumenteilen Wasser

Kaliumperjodatlösung: 50 g Kaliumperjodat KJO_4 werden in Salpetersäure (1 + 3) zu 1 l Lösung gelöst

verdünnte Schwefelsäure (1 + 3), Dichte 1,26 g/cm³, hergestellt durch Mischen von 1 Volumenteil Schwefelsäure (Dichte 1,84 g/cm³) mit 3 Volumenteilen Wasser

Natriumnitritlösung, frisch hergestellt durch Lösen von 20 g Natriumnitrit $NaNO_2$ zu 1 l Lösung

Aceton

Mangan-Stammlösung: Zum Herstellen wird Elektrolytmangan (Mangangehalt über 99,9 %) verwendet, dessen Oberfläche wie folgt gereinigt wird: Einige Gramm des Metalls werden mehrere Minuten lang mit 60 bis 80 ml Schwefelsäure (1 + 3) unter Schütteln im 600-ml-Becher digeriert und nach dem Abgießen der Säure zweimal mit Wasser gespült. Diese Reinigungsoperation wird 3 bis 4mal wiederholt, das gereinigte Metall zum Schluß mit Aceton gespült, im Warmluftstrom getrocknet und im Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt. 1 g $\pm$ 0,001 g des wie vorstehend gereinigten Metalls wird in einen 600-ml-Becher eingewogen und mit 40 ml Schwefelsäure (1 + 3) sowie etwa 80 ml Wasser versetzt. Das Metall wird durch Erhitzen der Lösung zum Sieden gelöst, die Lösung nach dem Abkühlen quantitativ in einen 1-l-Meßkolben überführt und zur Marke aufgefüllt. 1 ml der Mangan-Stammlösung enthält 1 mg Mangan.

Mangan-Standardlösung: 100,0 ml der Mangan-Stammlösung werden in einen 1-l-Meßkolben pipettiert und mit Wasser zur Marke aufgefüllt. 1 ml dieser Lösung enthält 0,1 mg Mangan.

5. Probenahme

Es ist eine Laboratoriumsprobe zu entnehmen. Bis zum Vorliegen einer Norm für die Probenahme von Kupferlegierungen ist die Art der Probenahme zu vereinbaren.

Fortsetzung Seite 2
 Erläuterungen Seite 2

Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im Deutschen Normenausschuß (DNA)

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses, Berlin 30, gestattet.

6. Durchführung

6.1. Aufstellen der Eichkurven

6.1.1. Gemäß Spalte 1 und 2 der nachstehenden Tabelle gibt man abgestufte Mengen Wasser mittels einer Meßpipette und Mangan-Standardlösung aus einer 25-ml-Bürette jeweils in 250-ml-Erlenmeyerkolben, fügt je 50 ml Säuregemisch zu und kocht 5 Minuten lang.

1	2	3	4		
Wasser	Mangan-Standardlösung	Mangan-gehalt	Mangangehalt in %, bezogen auf Probeneinwaagen je 100 ml Lösung von		
ml	ml	mg	0,4 g	0,08 g	0,032 g
20	0	0	0	0	0
19	1,00	0,1	0,025	0,125	0,3125
18	2,00	0,2	0,05	0,250	0,625
16	4,00	0,4	0,1	0,5	1,25
14	6,00	0,6	0,15	0,75	1,875
10	10,00	1	0,25	1,25	3,125
0	20,00	2	0,50	2,50	6,25

6.1.2. Zu jeder der noch kochenden Lösungen gibt man 5 ml Kaliumperjodatlösung, kocht weitere 5 Minuten lang und stellt anschließend die Erlenmeyerkolben etwa 20 Minuten lang in ein siedendes Wasserbad. Nach dem Abkühlen werden die Lösungen quantitativ in 100-ml-Meßkolben überführt und zur Marke aufgefüllt, wobei zum Spülen der Erlenmeyerkolben und zum Auffüllen die Verdünnungslösung gemäß Abschnitt 4 verwendet wird.

6.1.3. Von der so hergestellten Verdünnungsreihe werden die Extinktionen photometrisch bei etwa 530 nm unter Verwendung von 1-cm-, 2-cm- oder 4-cm-Küvetten gemessen. Als Vergleichslösungen dienen Teile der jeweiligen Meßlösung, in denen das Permanganat durch je einen Tropfen Natriumnitritlösung reduziert worden ist.

Anmerkung: Es wird empfohlen, für die Messung von Meßlösung und zugehöriger Vergleichslösung jeweils dieselbe Küvette zu verwenden. Beim Verwenden einer 1-cm-Küvette erhält man für die Meßlösung mit 1 mg Mangangehalt eine Extinktion von etwa 0,5.

Die gefundenen Extinktionswerte werden durch die Schichtdicke der verwendeten Küvette dividiert und die so erhaltenen Werte gegen die Mangangehalte in %, bezogen auf Probeneinwaagen von 0,4 g, 0,08 g und 0,032 g gemäß Spalte 4 der Tabelle aus Abschnitt 6.1.1 auf Millimeterpapier aufgetragen. Man erhält so die Eichkurve, die bei Anwendung von ausreichend monochromatischem Licht geradlinig verläuft.

6.2. Bestimmung

Es sind jeweils mindestens 2 Parallelbestimmungen durchzuführen.

6.2.1. Eine Probeneinwaage von $0,4 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ wird in einem 600-ml-Becher in 50 ml Säuregemisch gelöst. Falls erforderlich, wird das Reaktionsgemisch erwärmt, um das Auflösen zu beschleunigen. Nachdem die Probe vollständig gelöst ist, gibt man 20 ml Wasser zu und kocht 5 Minuten lang, um Stickstoffoxide zu entfernen.

6.2.2. Enthält die Probe höchstens 0,5 % Mangan, so wird weiter nach Abschnitt 6.1.2 verfahren. Die so erhaltene Meßlösung von 100 ml enthält eine Probeneinwaage von $0,4 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$.

6.2.3. Enthält die Probe zwischen 0,5 und 2,5 % Mangan, so wird die nach Abschnitt 6.2.1 erhaltene Lösung abgekühlt, quantitativ in einen 100-ml-Meßkolben übergeführt und mit Wasser zur Marke aufgefüllt: 20,0 ml dieser Lösung werden in einen 250-ml-Erlenmeyerkolben pipettiert, mit 40 ml Säuregemisch und 10 ml Wasser versetzt, zum Sieden erhitzt und weiter entsprechend Abschnitt 6.1.2 behandelt. Die so erhaltene Meßlösung von 100 ml enthält eine Probeneinwaage von 0,080 g.

6.2.4. Enthält die Probe zwischen 2 und 6 % Mangan, so wird die nach Abschnitt 6.2.1 erhaltene Lösung abgekühlt, quantitativ in einen 250-ml-Meßkolben übergeführt und mit Wasser zur Marke aufgefüllt: 20,0 ml dieser Lösung werden in einen 250-ml-Erlenmeyerkolben pipettiert, mit 46 ml Säuregemisch versetzt, zum Sieden erhitzt und weiter entsprechend Abschnitt 6.1.2 behandelt. Die so erhaltene Meßlösung von 100 ml enthält eine Probeneinwaage von 0,032 g.

6.2.5. Von den nach Abschnitt 6.2.2, 6.2.3 oder 6.2.4 erhaltenen Meßlösungen werden die Extinktionen bei 530 nm entsprechend Abschnitt 6.1.3 gemessen, wobei die zum Aufstellen der Eichkurve verwendeten Küvetten zu benutzen sind. Als Vergleichslösung dient ein aliquotes Volumen der jeweils verwendeten Meßlösung, dessen Permanganat-Färbung durch einen Tropfen Natriumnitritlösung zerstört worden ist.

7. Auswertung

Der Mangangehalt der Probe in % wird mittels der gefundenen Extinktionswerte direkt aus der Eichkurve abgelesen.

8. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Bezeichnung der Probe

Art der Probenahme

Mangangehalt der Probe in %, Einzelwerte und Mittelwert

Gegebenenfalls Abweichungen von dieser Norm

Prüfdatum

Erläuterungen

Diese Norm ist vom Unterausschuß A 1 c „Analyse von Kupfer und Kupferlegierungen“ im Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) ausgearbeitet worden.

Sie stimmt sachlich überein (Übereinstimmungs-Grad A) mit dem von der International Organization for Standardization (ISO) ausgearbeiteten Entwurf ISO/DIS 2543

Chemical analysis of copper and copper alloys; spectrophotometric determination of manganese

Analyse chimique du cuivre et des alliages de cuivre; dosage spectrophotométrique du manganèse

Chemische Analyse von Kupfer und Kupferlegierungen; Spektralphotometrische Bestimmung von Mangan



Documents

Document Sharing Hub