



**SLOVENSKI STANDARD**  
**kSIST FprEN ISO 4946:2015**

**01-oktober-2015**

---

**Jeklo in lito železo - Določevanje bakra - Spektrofotometrijska metoda z 2,2-dikinolilom (ISO/FDIS 4946:2015)**

Steel and cast iron - Determination of copper content - 2,2'-Diquinolyl spectrophotometric method (ISO/FDIS 4946:2015)

Stahl und Gusseisen - Bestimmung des Kupferanteils - Spektrophotometrisches Verfahren mit 2,2'-Biquinoline (ISO/FDIS 4946:2015)

Aciers et fontes - Détermination du cuivre - Méthode spectrophotométrique au 2,2'-biquinolyle (ISO/FDIS 4946:2015)

**Ta slovenski standard je istoveten z: FprEN ISO 4946**

---

**ICS:**

71.040.50	Fizikalnokemijske analitske metode	Physicochemical methods of analysis
77.080.01	Železne kovine na splošno	Ferrous metals in general

**kSIST FprEN ISO 4946:2015**

**de**



EUROPÄISCHE NORM  
EUROPEAN STANDARD  
NORME EUROPÉENNE

**SCHLUSS-ENTWURF**  
**FprEN ISO 4946**

August 2015

ICS 77.080.01

Vorgesehen als Ersatz für EN 24946:1990

Deutsche Fassung

**Stahl und Gusseisen - Bestimmung des Kupferanteils -  
Spektrophotometrisches Verfahren mit 2,2'-Biquinoline  
(ISO/FDIS 4946:2015)**

Steel and cast iron - Determination of copper content - 2,2'-  
Diquinolyli spectrophotometric method (ISO/FDIS  
4946:2015)

Aciers et fontes - Détermination du cuivre - Méthode  
spectrophotométrique au 2,2'-biquinolylyle (ISO/FDIS  
4946:2015)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen formellen Abstimmung vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee EC/ISS/TC 102 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde vom CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum des CEN-CENELEC mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

**Warnvermerk** : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG  
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION  
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

**CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel**

## Inhalt

	Seite
Vorwort .....	iii
1 Anwendungsbereich .....	1
2 Normative Verweisungen .....	1
3 Kurzbeschreibung .....	1
4 Reagenzien .....	1
5 Geräte.....	2
6 Probenahme .....	2
7 Durchführung .....	3
7.1 Probenmenge .....	3
7.2 Blindwert.....	3
7.3 Bestimmung .....	3
7.3.1 Herstellen der Messlösung .....	3
7.3.2 Farbentwicklung .....	3
7.3.3 Herstellen der Vergleichslösung.....	4
7.3.4 Spektrophotometrische Messung.....	4
7.4 Erstellen der Kalibrierkurve.....	4
7.4.1 Herstellen der Kalibrierlösungen .....	4
7.4.2 Spektrophotometrische Messung.....	4
7.4.3 Kalibrierkurve.....	5
8 Auswertung .....	5
9 Präzision .....	5
10 Prüfbericht.....	6
Anhang A (informativ) Zusätzliche Angaben zum internationalen Ringversuch.....	7
Anhang B (informativ) Grafische Darstellung der Daten zur Präzision .....	8
Literaturhinweise .....	9

## Vorwort

Dieses Dokument (FprEN ISO 4946:2015) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Chemische Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen formellen Abstimmung vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 24946:1990 ersetzen.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 4946:2015 wurde vom CEN als FprEN ISO 4946:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Die hauptsächlich mit dieser Ausgabe überarbeiteten Punkte sind:

- die Festlegungen zur Erstellung der Kalibrierkurven nach 7.4.3;
- redaktionelle Überarbeitung entsprechend den überarbeiteten ISO/IEC-Richtlinien, Teil 2, und kürzlich veröffentlichten Internationalen Normen, die vom ISO/TC 17/SC1 erarbeitet wurden.



## 1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt ein spektrophotometrisches Verfahren zur Bestimmung von Kupfer in Stahl und Gusseisen mittels 2,2'-Biquinoline.

Das Verfahren lässt sich auf die Bestimmung von Kupferanteile im Bereich zwischen 0,02 % und 5 % (*m/m*) anwenden.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 385, *Laboratory glassware — Burettes*

ISO 648, *Laboratory glassware — One mark pipettes*

ISO 1042, *Laboratory glassware — One mark volumetric flasks*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 14284, *Steel and iron — Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition*

## 3 Kurzbeschreibung

Lösen einer Probenmenge mit geeigneten Säuren.

Abrauchen mit Perchlorsäure zur Entfernung von Salzsäure und Salpetersäure und Entwässerung von Kieselsäure.

Reduktion von Kupfer(II) zu Kupfer(I) in salzsaurer Lösung mittels Ascorbinsäure. Bildung einer farbigen Verbindung von Kupfer(I) mit 2,2'- Biquinoline.

Spektrophotometrische Messung bei einer Wellenlänge von etwa 545 nm.

## 4 Reagenzien

Falls nichts anderes angegeben wurde, sind bei der Analyse nur Reagenzien von bekannter analytischer Reinheit und nur Wasser der Qualität 2 nach ISO 3696 zu verwenden.

**4.1 Hochreines Eisen**, mit einem Kupferanteil von maximal 0,001 % (*m/m*)

**4.2 Salzsäure**,  $\rho \approx 1,19$  g/ml

**4.3 Salpetersäure**,  $\rho \approx 1,40$  g/ml

**4.4 Perchlorsäure**,  $\rho \approx 1,54$  g/ml

**WARNUNG - In Anwesenheit von Ammoniak, nitrosen Dämpfen oder organischen Stoffen im Allgemeinen können Perchlorsäuredämpfe Explosionen verursachen.**

## ISO/FDIS 4946:2015

Perchlorsäure,  $\rho \approx 1,67$  g/ml darf auch verwendet werden. 100 ml Perchlorsäure,  $\rho \approx 1,54$  g/ml, entsprechen 79 ml Perchlorsäure,  $\rho \approx 1,67$  g/ml.

**4.5 Perchlorsäure**,  $\rho \approx 1,54$  g/ml, 1 + 7 verdünnt

**4.6 Dimethylformamid (N,N-Dimethylformamid)**,  $\rho \approx 0,944$  g/ml

**WARNUNG - Dimethylformamid ist eine gesundheitsschädliche Verbindung und kann Geburtsschäden hervorrufen. Alle Arbeiten sollten unter Verwendung von Schutzhandschuhen unter einem Abzug erfolgen.**

**4.7 Ascorbinsäure**, 200 g/l Lösung

20 g Ascorbinsäure sind in Wasser zu lösen, auf 100 ml zu verdünnen und zu mischen.

Diese Lösung ist unmittelbar vor Gebrauch herzustellen.

**4.8 2,2'-Biquinoline**, Lösung

0,60 g 2,2'-Biquinoline (Cuproin) sind in Dimethylformamid (4.6) zu lösen, mit dem gleichen Dimethylformamid auf 1 Liter zu verdünnen und zu mischen.

Diese Lösung ist in einem braungefärbten, gegen Licht geschützten Glasbehälter aufzubewahren.

**4.9 Kupfer**, Standardlösung 1, g/l

1,000 g hochreines Kupfer sind auf 0,001 g abzuwägen und in der geringstmöglichen Menge Salpetersäure (4.3) zu lösen.

Die Lösung ist zur Entfernung von nitrosen Dämpfen zum Sieden zu erhitzen. Sie ist zu kühlen und quantitativ in einen 1000-ml-Messkolben zu geben, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und zu mischen.

1 ml dieser Standardlösung enthält 1 mg Kupfer.

**4.10 Kupfer**, Standardlösung, 0,05 g/l

25 ml der Kupfer-Standardlösung (4.9) sind in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und zu mischen.

1 ml dieser Standardlösung enthält 0,05 mg Kupfer.

## 5 Geräte

Sämtliche Volumenmessgeräte aus Glas müssen Klasse A nach ISO 385, ISO 648 und ISO 1042 entsprechen.

Übliche Laborgeräte sowie

**5.1 Spektrophotometer**, geeignet für die Messung der Extinktion der Lösung bei einer Wellenlänge von 545 nm mit einer Schichtdicke (optischen Weglänge) von 2 cm oder 4 cm

## 6 Probenahme

Die Probenahme ist nach ISO 14284 oder entsprechenden nationalen Normen für Gusseisen durchzuführen.