

Application Bulletin

Von Interesse für: Metallanalytik

A 10

Routinemässige Kupferbestimmung in Messing, Bronze, Neusilber und galvanischen Bädern

Zusammenfassung

Es wird eine routinemässige Methode zur Bestimmung von Kupfer beschrieben. Nach Aufschluss der Probe und Zusatz von KI/KCNS - Lösung wird das freigesetzte Iod mit Thiosulfat zurücktitriert. Die Endpunktsindikation erfolgt potentiometrisch.

Geräte und Zubehör

- Titrimeter oder Titrande mit Dosino oder Dosimat
- Magnet-Schwenkrührer
- Wechseleinheit
- Pt-Titrode 6.0431.100 mit Elektrodenkabel 6.2104.020

Reagenzien

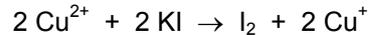
- Titriermittel $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.2 \text{ mol/L}$:
49.64 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$ werden in CO_2 - freiem dest. H_2O gelöst und auf 1 Liter aufgefüllt.
- Kupferstandard $c(\text{Cu}^{+2}) = 0.1 \text{ mol/L}$:
24.968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$ werden in dest. H_2O gelöst, mit 10 mL konz. H_2SO_4 versetzt und mit dest. H_2O auf 1 Liter aufgefüllt
- Reaktionslösung:
7 g KI und 53 g KCNS werden in dest. H_2O gelöst und auf 1 Liter aufgefüllt.
- Harnstofflösung: $w(\text{Harnstoff}) = 10\%$ in dest. H_2O
- Schwefelsäure: $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96\%$
- Salpetersäure: $w(\text{HNO}_3) = 35\%$

Probenvorbereitung

Saure Kupferbäder, die nur Cu(II) enthalten, können direkt verwendet werden. In allen anderen Fällen wird eine Badprobe oder Legierung, die ca. 200 mg Cu enthält, in ein Becherglas gegeben (Abzug). Man versetzt vorsichtig mit 10 mL HNO_3 und, wenn die grösste Reaktion vorbei ist, mit 2 mL H_2SO_4 . Man erhitzt und dampft ein, bis weisse Schwefelsäuredämpfe entweichen. Nach dem Abkühlen versetzt man mit 1 mL Harnstofflösung und 25 mL dest. H_2O .

Titerbestimmung der Thiosulfatlösung

In ein Becherglas pipettiert man 20.0 mL Cu-Standard. Man versetzt mit 1 mL H₂SO₄ und 25 mL Reaktionslösung und titriert sofort mit Thiosulfat das freigesetzte Iod.



Titer: C01 / EP1 = C31

EP1 = mL Thiosulfat bis zum 1. Endpunkt

C01 = 10 (20 mL 0.1 mol/L entsprechen 10 mL 0.2 mol/L Cu²⁺)

Analyse

Zur Aufschlusslösung gibt man 25 mL Reaktionslösung und titriert das freigesetzte Iod sofort mit Thiosulfat.

Berechnung

1 mL c(Na₂S₂O₃) = 0.1 mol/L = 12.709 mg Cu

% Cu = EP1 * C01 * C02 * C31 / C00

C00 = Probeneinwaage in g

C01 = 12.709

C02 = 0.1 (für %)

C31 = Titer der Thiosulfatlösung

Bemerkungen

- Nach dem Aufschluss darf keine überschüssige HNO₃ vorhanden sein. Diese würde mit KI ebenfalls reagieren und das Resultat verfälschen.
- Um teures KI zu sparen, wird eine KI/KCNS-Lösung verwendet.

Literatur

- Agterdenbos, J. / Elberse, P.A.
Rapid iodometric determination of copper in some copper-base alloys
Talanta 13, (1966) 523-524
- Bastius, H.
Zur jodometrischen Bestimmung des Kupfers
Fresenius, J. Anal. Chem. 250, (1970) 169-172

Abbildungen

```

'pa
785 DMP Titrimo           02287   785.0010
user                      MEIER
date 1999-06-18          time 07:10       0
DET U                    *****
parameters
>titration parameters
  meas.pt.density         4
  min.incr.               10.0 µl
  dos.rate                max. ml/min
  signal drift            50 mV/min
  equilibr.time           26 s
  start V:                OFF
  pause                   0 s
  meas.input:             1
  temperature             25.0 °C
>stop conditions
  stop V:                 abs.
  stop V                  30 ml
  stop U                  OFF mV
  stop EP                 9
  filling rate            max. ml/min
>statistics
  status:                 OFF
>evaluation
  EPC                     5
  EP recognition:         greatest
  fix EP1 at U           OFF mV
  pK/HNP:                OFF
>preselections
  req.ident:              OFF
  req.smpl size:          OFF
  limit smpl size:       OFF
  activate pulse:        ON
  -----
    
```

Abb. 1 Parameterreport Titrimo

```
'fr
785 DMP Titrino      02287  785.0010
user                MEIER
date 1999-06-17    time 17:04    6
U(init)            -58 mV DET U    *****
smpl size          0.36476 g
EP1                16.854 ml      113 mV
Kupfer             54.9528 %
stop V reached
=====
```

```
'cu
785 DMP Titrino      02287  785.0010
user                MEIER
date 1999-06-17    time 17:04    6
start V            0.000 ml DET U    *****
2.0 ml/div         dU=100.0 mV/div
```

```
'BMP-File: C:\DATASCAN\ARQUYX.bmp
=====
```

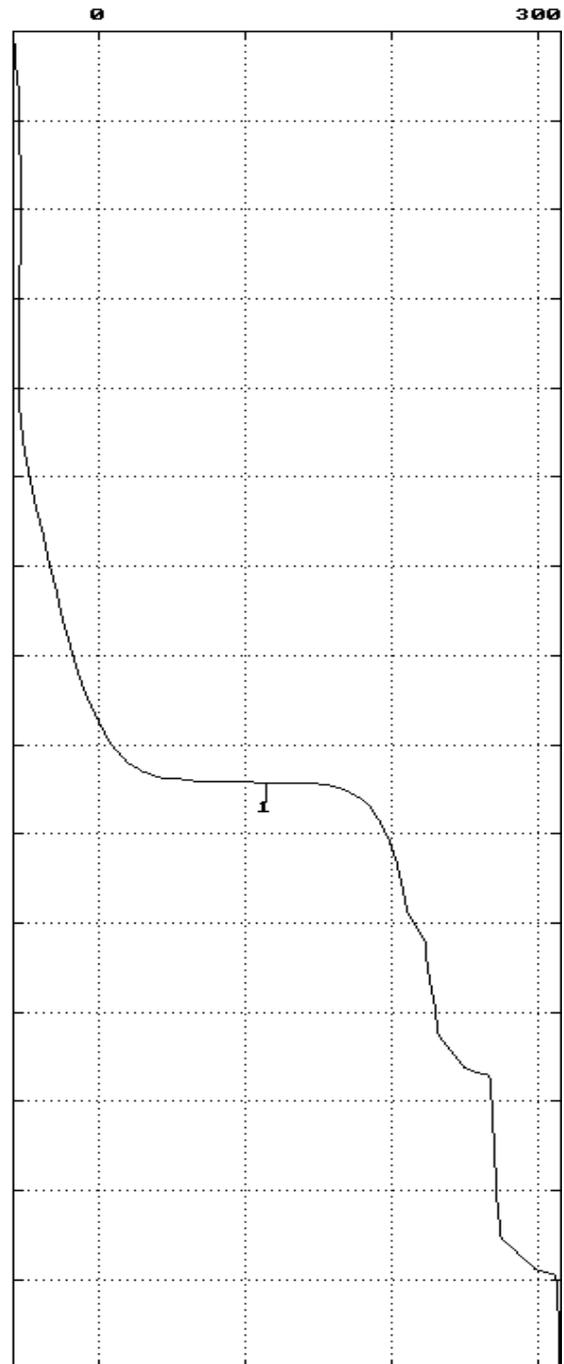


Abb. 2 Resultatreport und Titrationskurve: Cu in Messing