



Postfach 10 54 63  
40045 Düsseldorf  
Am Bonneshof 5  
40474 Düsseldorf  
Tel. (02 11) 47 96-0  
Fax (02 11) 47 96-415  
E-Mail:  
zilkens@wvmetalle.de  
guete-kupferrohr.de  
Bankverbindung:  
Deutsche Bank 24  
Düsseldorf  
BLZ 300 700 24  
Konto-Nr. 742 8949

**Güte- und Prüfbestimmungen**

**(Gütebedingungen)**

**für Hartlote und Hartlötflußmittel**

**in Erweiterung des Gütezeichens „Kupferrohr / RAL“**

**der Gütegemeinschaft Kupferrohr e.V.**

**RAL-RG 641/2**

**Fassung Oktober 2002**

## Inhaltsverzeichnis

	Seite
<b>Gütebestimmungen</b>	3
1. Geltungsbereich	3
2. Anforderungen	3
<b>Prüfbestimmungen</b>	4
3. Zulassung (§ 1 der Durchführungsbestimmungen)	4
4. Eigenüberwachung	4
5. Fremdüberwachung	5
6. Prüfungen in Sonderfällen	6
7. Durchführung der Prüfungen	6
8. Prüfergebnis	6
9. Änderungen	7
<b>Anlage 1</b> zu den Güte- und Prüfbestimmungen	
Quantitative Bestimmung des Kupfer- und Phosphorgehaltes in CP 203	8
<b>Anlage 2</b> zu den Güte- und Prüfbestimmungen	
Quantitative Bestimmung des Kupfer-, Silber- und Phosphorgehaltes in CP 105	16
<b>Anlage 3</b> zu den Güte- und Prüfbestimmungen	
Flußmittel-Funktionstest	26
<b>Anlage 4</b> zu den Güte- und Prüfbestimmungen	
Prüfstellen	27
<b>Anlage 5</b> zu den Güte- und Prüfbestimmungen	
Verpackung von Hartloten und Hartlötflußmitteln mit Gütezeichen RAL	28

## **Gütebestimmungen**

### **1. Geltungsbereich**

Hartlote nach DIN EN 1044

Flußmittel zum Hartlöten von Schwermetallen nach DIN EN 1045

### **2. Anforderungen**

#### **2.1 Hartlote**

##### **2.1.1 Lieferformen und Maße**

Lieferformen und Maße müssen DIN EN 1044 genügen.

##### **2.1.2 Oberflächenbeschaffenheit**

Die Oberflächenbeschaffenheit muß den Forderungen nach DIN EN 1044 genügen.

##### **2.1.3 Zusammensetzung**

Die Hartlote müssen in ihrer Zusammensetzung den Normloten CP 203, CP 105, AG 203, AG 106 oder AG 104, DIN EN 1044 entsprechen.

##### **2.1.4 Lieferart**

Hartlote mit Gütezeichen werden in der Regel als Stäbe nach Gewicht bestellt. Sie werden in Stäben mit einer Festlänge von 500 mm mit einer zulässigen Abweichung von  $\pm 5$  mm geliefert.

##### **2.1.5 Verpackung**

Die Verpackung der Hartlote muß den Richtlinien der Gütegemeinschaft nach Anlage 5 und den Forderungen der DIN EN 1044 entsprechen.

#### **2.2 Hartlötflußmittel**

##### **2.2.1 Lieferformen**

Die Lieferformen müssen DIN EN 1045 genügen.

##### **2.2.2 Zusammensetzung**

Die Hartlötflußmittel müssen in ihrer Zusammensetzung und ihrem Wirktemperaturbereich dem Flußmittel-Typ FH 10 nach DIN EN 1045 entsprechen.

##### **2.2.3 Lieferart**

Hartlötflußmittel mit Gütezeichen werden in der Regel als Paste nach Gewicht geliefert.

##### **2.2.4 Verpackung**

Die Verpackung der Hartlötflußmittel muß den Richtlinien der Gütegemeinschaft nach Anlage 5 und den Forderungen der DIN EN 1045 entsprechen.

## 2.3 Kennzeichnung mit dem Gütezeichen

Die Gütegemeinschaft Kupferrohr e.V. ist Träger des Gütezeichens Kupferrohr.

Hartlote müssen entsprechend den Festlegungen der DIN EN 1044 gekennzeichnet sein. Hartlötflußmittel müssen entsprechend den Festlegungen der DIN EN 1045 und des DVGW-Arbeitsblattes GW 7 gekennzeichnet sein.

Hartlote und Hartlötflußmittel, die diesen Güte- und Prüfbestimmungen entsprechen, können auf der Verpackung mit dem Gütezeichen der Gütegemeinschaft Kupferrohr e.V. gekennzeichnet werden.

Dabei erfolgt im zusätzlichen Außenring die Produktinschrift "Hartlote und Hartlötflußmittel für Kupferrohr RAL-RG 641/2".



Zur Kennzeichnung gehören weiterhin das Zeichen und die Anschrift des Herstellers, das Kurzzeichen des Hartlotes nach DIN EN 1044 bzw. des Hartlötflußmittels nach DIN EN 1045, Angaben zur Menge als Nettogewicht, Chargen-Nummer, Verwendungshinweise und Kennzeichnung laut Gefahrstoffverordnung.

## 2.4 Änderung der Regelwerke

Für die Anwendung der aufgeführten DIN-Normen, EN-Normen und sonstiger Regelwerke sind nur die jeweils neuesten Ausgaben maßgebend. Bei Änderungen der Normen und einschlägigen Bestimmungen gilt eine Übergangsfrist von einem Jahr ab Erscheinungsdatum, nach deren Ablauf die neue Ausgabe angewandt werden muß.

## Prüfbestimmungen

### 3. Zulassung (§ 1 der Durchführungsbestimmungen)

3.1 Der Antragsteller hat dem Güteausschuß zu erklären, daß er in der Lage ist, die Erzeugnisse, für die das Gütezeichen beantragt ist, in seinem Herstellwerk in der geforderten Güte zu fertigen, die Gütebestimmungen auch künftig einzuhalten und daß er über Einrichtungen verfügt, die eine ausreichende Kontrolle der Erzeugnisse ermöglichen. Der Güteausschuß überzeugt sich von diesen Angaben durch eine Besichtigung des zu überprüfenden Herstellwerkes, wobei er sich grundsätzlich Beauftragter bedienen kann.

3.2 Sodann veranlaßt der Güteausschuß eine Prüfung nach Ziff. 5 derjenigen Erzeugnisse, für die das Gütezeichen beantragt ist. Über das Ergebnis der Prüfung ist eine Niederschrift anzufertigen, die zu den Unterlagen des Güteausschusses zu nehmen ist. Der Antragsteller erhält eine Zweitschrift.

### 4. Eigenüberwachung

4.1 Jeder Zeichenbenutzer hat eigene Qualitätskontrollen seiner mit dem Gütezeichen gekennzeichneten Erzeugnisse regelmäßig durchzuführen. Diese Kontrollen bezwecken eine ausreichende Überprüfung der laufenden Produktion auf Einhaltung der Gütebedingungen. Art und Umfang dieser Kontrollen legt der Güteausschuß im Einzelfall unter Berücksichtigung der gegebenen Fabrikationseinrichtungen und der getroffenen Kontrollvorkehrungen bei dem betreffenden Zeichenbenutzer fest.

## Hartlote

Für eine ausreichende regelmäßige Überprüfung wird verlangt, daß mindestens an jeder Schmelzcharge die Hauptbestandteile analytisch (s. Anlagen 1 und 2) bestimmt werden.

Bei den hochsilberhaltigen Hartloten ist stichprobenweise auf Kadmium(Cd)-Verunreinigungen zu prüfen. Der Kadmiumgehalt darf 0,1 % nicht übersteigen. Bei den phosphorhaltigen Hartloten ist stichprobenweise auf Kadmium- und Zink-Verunreinigungen zu prüfen. Der Zink- und Kadmiumgehalt darf 0,01 % nicht überschreiten.

## Hartlötflußmittel

Für eine ausreichende regelmäßige Überprüfung wird verlangt, daß mindestens an jedem Ansatz ein Funktionstest (s. Anlage 3) durchgeführt wird.

- 4.2 Die durchgeführten Kontrollmaßnahmen des Zeichenbenutzers und die bei den Kontrollen erhaltenen Ergebnisse sind von ihm schriftlich festzuhalten; die Aufzeichnungen sind mindestens zwei Jahre aufzubewahren und auf Verlangen dem Güteausschuß und den von diesem beauftragten Prüforganen zugänglich zu machen.

## 5. Fremdüberwachung

- 5.1 Die laufenden Überwachungsprüfungen werden vom Güteausschuß veranlaßt. Der Güteausschuß vergibt über den Geschäftsführer die Prüfungsaufträge. Die Überprüfung der vollständigen Durchführung der hiernach vorgesehenen Maßnahmen ist Aufgabe des Geschäftsführers der Gütegemeinschaft. Bei den laufenden Überwachungsprüfungen, die mindestens alle zwei Jahre durchzuführen sind, sind alle Lottypen und Flußmittel zu überprüfen. Sind nicht sämtliche Kontrollen durchgeführt worden, so sind geeignete Maßnahmen für eine zusätzliche Probenahme und Überprüfung zu veranlassen.
- 5.2 Die Probenahme erfolgt in der Regel im Herstellwerk. Wenn in Sonderfällen Proben beim Handel oder Abnehmer genommen werden, müssen diese aus originalverpackten Gebinden stammen, sofern die Ware üblicherweise vom Hersteller verpackt geliefert wird.
- 5.3 Für die Prüfung werden nach Anweisung des Prüfers dem Lager oder der Fertigung willkürlich zunächst entnommen:
- 5.3.1 Jeweils fünf beliebige Lotstäbe werden analysiert. Wenn es möglich ist, sollten die Lotstäbe aus mindestens zwei Chargen entnommen werden. Die Zusammensetzung der Lote muß für jeden der Lotstäbe im entsprechenden Toleranzbereich der Legierungselemente nach DIN EN 1044 liegen. Der Silbergehalt der Hartlote wird auf zwei Stellen nach dem Komma genau bestimmt und muß größer oder gleich den Mindestgehalten gemäß DIN EN 1044 sein.
- 5.3.2 1 Muster Flußmittel zur Durchführung des Funktionstestes und zur Kontrolle des Wirktemperaturbereiches.
- 5.4 Die überprüften Herstellwerke haben die Prüfer durch unentgeltliche Stellung von Hilfskräften und Hilfsmitteln bei der Durchführung von Prüfungen zu unterstützen.

## **6. Prüfungen in Sonderfällen**

### **6.1 Beschränkung auf einzelne Feststellungen - allgemein**

Soweit die Durchführungsbestimmungen Prüfungen aus besonderer Veranlassung vorsehen, kann der Güteausschuß diese Prüfungen auf einzelne Feststellungen beschränken. Sie müssen sich jedoch auf alle erhobenen Beanstandungen erstrecken und ausreichen, um verbindliche Feststellungen treffen zu können.

### **6.2 Beschränkung auf einzelne Feststellungen - Wiederholungsprüfung**

Entsprechendes gilt für die Wiederholungsprüfung, wenn sich bei Prüfungen Beanstandungen herausgestellt haben.

## **7. Durchführung der Prüfungen**

### **7.1 Hartlote**

Falls bei der Prüfung fünf beliebiger Lotstäbe ein Lotstab mit außerhalb der Toleranz liegenden Gehalten gefunden wird, ist eine zweite Prüfung von weiteren fünf Stäben vorzusehen, bei der alle Gehalte innerhalb des Toleranzbereiches liegen müssen. Die Analysen können wegen der notwendigen Erfahrung, die beim Analysieren von Hartloten erforderlich ist, in Abstimmung mit dem Güteausschuß beim Hersteller unter Beisein einer neutralen Aufsichtsperson durchgeführt werden. Die Analysen erfolgen nach Anlagen 1 und 2.

### **7.2 Flußmittel**

Der Flußmittel-Funktionstest wird auf einem Kupferblech unter Verwendung des Lotes AG 104 DIN EN 1044 gemäß Anlage 3 durchgeführt.

### **7.3 Kennzeichnung und Verpackung**

Kennzeichnung und Verpackung bei Hartloten und Hartlötflußmitteln sind durch Besichtigung zu prüfen.

## **8. Prüfergebnis**

### **8.1 Prüfbericht**

Über das Prüfungsergebnis ist vom Prüfer ein Prüfbericht anzufertigen, der dem Güteausschuß zu überlassen ist. Der überprüfte Zeichenbenutzer erhält eine Zweitschrift.

### **8.2 Feststellung des Güteausschusses**

Der Güteausschuß stellt aufgrund des Berichtes das Ergebnis fest.

### **8.3 Prüfzeugnis**

Hat die Prüfung keine Beanstandung ergeben, so erteilt der Güteausschuß hierüber ein schriftliches Zeugnis, von dem der überprüfte Zeichenbenutzer eine Ausfertigung erhält. Soweit es zur Gütesicherung erforderlich ist, weist der Güteausschuß den Zeichenbenutzer zusätzlich auf bestimmte Prüfungsfeststellungen, die sich aus dem Prüfbericht ergeben, besonders hin.

### **8.4 Wiederholungsprüfung**

Hat die Prüfung ergeben, daß die Gütebedingungen von dem geprüften Herstellwerk nicht erfüllt werden, so unterrichtet der Güteausschuß das Herstellwerk über die getroffenen Feststellungen und ordnet zugleich eine Wiederholungsprüfung an. Diese ist innerhalb von vier Wochen nach der Prüfung, bei der sich Beanstandungen ergeben haben, durchzuführen.

Wird die Wiederholungsprüfung wiederum nicht bestanden, gilt die Fremdüberwachung als insgesamt nicht bestanden.

Die weitere Vorgehensweise regelt sich nach den Durchführungsbestimmungen für die Verleihung und Führung des Gütezeichens.

## **9. Änderungen**

Änderungen dieser Güte- und Prüfbestimmungen bedürfen der vorherigen schriftlichen Zustimmung des RAL. Sie werden erst nach angemessener Frist nach Bekanntgabe an die Gütezeichenbenutzer durch den Vorstand der Gütegemeinschaft Kupferrohr e.V. in Kraft gesetzt.

## Anlage 1 zu den Güte- und Prüfbestimmungen

### Quantitative Bestimmung des Kupfer- und Phosphorgehaltes in CP 203

#### Inhalt

1	Anwendungsbereich
2	Grundlage des Verfahrens
3	Störungen
4	Chemikalien
5	Geräte
6	Durchführung
6.1	Lösen der Probe
6.2	Kupferbestimmung
6.3	Phosphorbestimmung
7	Verfahrensbeurteilung
7.1	Synthetische Standards
7.2	Reale Probe
8	Literatur

#### **1 Anwendungsbereich**

Das Verfahren dient der quantitativen Bestimmung von Kupfer und Phosphor in Hartlot CP 203 nach DIN EN 1044.

Die spezifizierten Gehalte der Lot-Bestandteile betragen nach DIN EN 1044:

Phosphor 5,9 bis 6,5 m/m %

Kupfer Rest

Das Verfahren ist geeignet für die Bestimmung von Phosphor in einem Massenanteilsbereich von 5,0 bis 12,5 m/m%.

#### **2 Grundlage des Verfahrens**

Das Hartlot wird salpetersauer gelöst. In der Lösung wird Kupfer elektrogravimetrisch und Phosphor nach Oxidation mit Kaliumpermanganat als Phosphorvanadomolybdänsäure fotometrisch bestimmt.

#### **3 Störungen**

Kupfer: Nitrat und Chlorid stören die Elektrolyse

Phosphor: Silicium und Arsen stören die fotometrische Bestimmung



#### 4 Chemikalien

- 4.1 Entionisiertes Wasser
- 4.2 Ethanol p.a.,  $w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96 \%$
- 4.3 Salpetersäure p.a.,  $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$
- 4.4 Schwefelsäure p.a.,  $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 95 - 97 \%$
- 4.5 Kaliumpermanganatlösung,  $w(\text{KMnO}_4) = 2,5 \%$
- 4.6 Natriumnitritlösung,  $w(\text{NaNO}_2) = 1 \%$
- 4.7 Ammoniumvanadat p.a. ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ )
- 4.8 Ammoniumvanadatlösung: 2,50 g Ammoniumvanadat (4.7) werden in ca. 600 ml etwa 80 °C heißem Wasser (4.1) gelöst. Nach vollständigem Lösen werden 10 ml Salpetersäure (4.3) zugegeben und mit Wasser (4.1) auf 1 l aufgefüllt.
- 4.9 Ammoniumheptamolybdattetrahydrat p.a. ( $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4\text{H}_2\text{O}$ )
- 4.10 Ammoniummolybdatlösung: 100 g Ammoniumheptamolybdattetrahydrat (4.9) werden in ca. 600 ml etwa 50 °C heißem Wasser (4.1) unter Erwärmen gelöst und mit Wasser (4.1) auf 1 l aufgefüllt.
- 4.11 Kupferpulver,  $w(\text{Cu}) > 99,9 \%$
- 4.12 Phosphor-Stammlösung,  $\beta(\text{P}) = 1000 \pm 3 \mu\text{g/ml}$  in 5 %  $\text{HNO}_3$  (handelsüblich)
- 4.13 Verdünnte Phosphor-Stammlösung:  $\beta(\text{P}) = 100 \text{ mg/l}$ : 20 ml Phosphor-Stammlösung (4.12) werden in einem 200 ml Meßkolben (5.3) mit Wasser (4.1) zur Marke aufgefüllt.
- 4.14 Matrixlösung: 0,94 g Kupferpulver (4.11) werden in 10 ml Salpetersäure (4.3) gelöst und mit Wasser (4.1) auf 250 ml aufgefüllt.

#### 5 Geräte

- 5.1 Analysenwaage (Ablesbarkeit : 0,1 mg)
- 5.2 Bechergläser, hohe Form (V = 100 ml, V = 150 ml) mit passenden Uhrgläsern
- 5.3 Meßkolben (V = 100 ml, V = 200 ml, V = 250 ml)
- 5.4 Trockenschrank
- 5.5 Exsikkator mit Trockenmittel (z. B. Sicapent, Firma Merck)
- 5.6 Elektrolysegerät, rührfähig
- 5.7 Platinnetz (Netzfläche ca. 40 cm<sup>2</sup>, rund)
- 5.8 Platinspirale
- 5.9 Uhrglas (2 Hälften mit Loch)
- 5.10 UV-VIS Spektralfotometer (z. B. Firma Beckmann Typ DU-7)
- 5.11 Präzisionsküvette (Schichttiefe = 20,00 mm)
- 5.12 Glasvollpipetten (V = 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml, 25 ml, 30 ml, 50 ml)

## 6 Durchführung

Die Analyse wird mindestens als Doppelbestimmung durchgeführt. Hierbei darf die maximale Differenz der aus den Einzelwerten berechneten prozentualen Massenanteile bei Phosphor 0,12 m/m% betragen.

### 6.1 Lösen der Probe

6.1.1 Das Hartlot wird vor der Einwaage mit Ethanol (4.2) gereinigt und wieder getrocknet.

Eine auf 0,1 mg genau eingewogene Menge von 1,0 - 1,2 g Probe ( $m_E$ ) wird in einem 250 ml Meßkolben (5.3) in 10 ml Salpetersäure (4.3) kalt gelöst und mit Wasser (4.1) zur Marke aufgefüllt.

### 6.2 Kupferbestimmung

6.2.1 Ein 30,0 ml Aliquot gemäß Punkt 6.1.1 wird in einem 150 ml Becherglas (5.2) mit 3 ml Schwefelsäure (4.4) versetzt und bis zum Rauchen der Schwefelsäure eingengt.

6.2.2 Es wird mit Wasser (4.1) und 1 ml Schwefelsäure (4.4) in der Wärme gelöst, abkühlen lassen und mit Wasser (4.1) auf ca. 75 ml verdünnt.

6.2.3 Elektrolytische Abscheidung des Kupfers

6.2.3.1 Das Platinnetz (5.7) wird zuerst mit Wasser (4.1), dann mit Ethanol (4.2) abgespült und 5 Minuten im Trockenschrank (5.4) bei 110 °C getrocknet. Es wird nach 15 minütigem Abkühlen im Exsikkator (5.5) gewogen ( $m_t$ ).

**Bemerkung:** Die Trocken- und Abkühlzeiten des Platinnetzes (5.7) müssen exakt eingehalten werden.

6.2.3.2 Das Platinnetz (6.2.3.1) (Kathode) wird so in die Lösung eingetaucht, daß zum Boden und zu den Wänden des Becherglases (5.2) etwa gleiche Abstände eingehalten werden. Es sollte noch ca. 5 mm aus der Lösung herausragen. Die Platinspirale (5.8) (Anode) muß sich genau in der Mitte des Platinnetzes (5.7) befinden.

6.2.3.3 Das Becherglas (5.2) wird mit den beiden Uhrglashälften (5.9) bedeckt. Nach Einschalten des Gerätes und des Rührers wird die Lösung bei 2,2 Volt elektrolysiert. Alsbald beginnt die Abscheidung von hellrotem Kupfer auf dem Platinnetz (5.7).

6.2.3.4 Sobald die Lösung entfärbt ist (nach ca. 1 Stunde) werden die Ränder des Becherglases (5.2) mit etwas Wasser (4.1) abgespült. Dabei steigt der Flüssigkeitsspiegel über die noch blanke Stelle des Platinnetzes (5.7). Es wird noch ca. 15 Minuten weiter elektrolysiert.

6.2.3.5 Die Elektrolyse ist vollständig, wenn sich an der neu eingetauchten Stelle kein weiteres Kupfer abscheidet. Sollte dies doch der Fall sein, muß der Vorgang gemäß Punkt 6.2.3.4 wiederholt werden.

- 6.2.3.6 Am Ende der Elektrolyse werden die Uhrglashälften mit Wasser (4.1) abgespült und entfernt. Das Becherglas (5.2) wird langsam abgesenkt, wobei gleichzeitig das mit Kupfer beladene Platinnetz (5.7) mit Wasser (4.1) gespült wird. Erst danach werden das Gerät und der Rührer abgeschaltet.
- 6.2.3.7 Das Platinnetz (5.7) wird noch mit Ethanol (4.2) gespült und 5 Minuten bei 110 °C im Trockenschrank (5.4) getrocknet. Nach 15 minütigem Abkühlen im Exsikkator (5.5) wird gewogen ( $m_a$ ).
- 6.2.3.8 Das Platinnetz (5.7) wird zur Reinigung in ein 150 ml Becherglas (5.2) mit wenig Salpetersäure (4.3) gestellt. Die Säure wird zum Sieden erhitzt. Die aufsteigenden und kondensierenden Säuredämpfe lösen das Kupfer vom Platinnetz (5.7) ab.

#### 6.2.4 Berechnung

$$w(\text{Cu})\% = \frac{(m_a - m_t) \cdot 8,333 \cdot 100}{m_E}$$

$w(\text{Cu})\%$  = Massenanteil Kupfer in Prozent

$m_E$  = Einwaage in g

$m_a$  = Auswaage des getrockneten Kupfers mit Platinnetz in g

$m_t$  = Masse des getrockneten Platinnetzes in g

8,333 = Aliquotierungsfaktor

### 6.3 Phosphorbestimmung

#### 6.3.1 Herstellen der Meßlösung

- 6.3.1.1 Ein 5,0 ml Aliquot gemäß Punkt 6.1.1 wird in einem 100 ml Becherglas (5.2) mit 3 ml Salpetersäure (4.3) versetzt und zum Sieden erhitzt. Es wird so lange tropfenweise Kaliumpermanganatlösung (4.5) zugesetzt, bis die violette Farbe erhalten bleibt.
- 6.3.1.2 Überschüssiges Kaliumpermanganat und ausgefallener Braunstein werden durch tropfenweise Zugabe von Natriumnitritlösung (4.6) zerstört, bis die Lösung wieder klar ist.
- 6.3.1.3 Nach weiteren ca. 5 Minuten Sieden läßt man die Lösung abkühlen, überführt quantitativ mit Wasser (4.1) in einen 100 ml Meßkolben (5.3) und verdünnt auf ca. 70 ml.
- 6.3.1.4 Nach Zugabe von 10,0 ml Ammoniumvanadatlösung (4.8) und 10,0 ml Ammoniummolybdatlösung (4.10) wird mit Wasser (4.1) zur Marke aufgefüllt und gemischt.
- Bemerkung:** Die Ammoniummolybdatlösung (4.10) muß vor der Verwendung filtriert werden.
- 6.3.1.5 Nach 10 Minuten Reaktionszeit, in der sich der gelbe Farbkomplex entwickelt, wird die Lösung am Fotometer gemessen.

### 6.3.2 Herstellen der Blindwertlösung

6.3.2.1 Ein ca. 5 ml Aliquot der Matrixlösung (4.14) wird analog den Punkten 6.3.1.1. - 6.3.1.5 behandelt.

### 6.3.3 Kalibration des Fotometers (5.10)

6.3.3.1 Zur Erstellung der Kalibrierfunktion werden 4 Bezugslösungen hergestellt.

6.3.3.2 Die Herstellung der Bezugslösungen (Bzglsg.) erfolgt nach dem Schema:

Bzglsg. Nr.	Sollkonzentration [mg P/100 ml]	verd. Stammlösung (4.13) [ml]	Matrixlösung (4.14) [ml]
1	1	10,0	5
2	1,5	15,0	5
3	2	20,0	5
4	2,5	25,0	5

Die Bezugslösungen werden nach den Punkten 6.3.1.1 - 6.3.1.5 analog den Proben behandelt.

#### 6.3.3.3 Geräteparameter

Wellenlänge: 470 mm  
Küvette (5.11): 20,00 mm  
Funktion: Absorption  
Autozero: gegen die Blindwertlösung (6.3.2)

6.3.3.4 Es werden zunächst die Blindwert-, dann die Bezugslösungen gemessen. Durch lineare Regression der gemessenen Extinktionen mit den Konzentrationen der Bezugslösungen wird die Kalibrierfunktion erstellt. Der Korrelationskoeffizient sollte  $> 0,998$  sein.

### 6.3.4 Messen der Meßlösung

6.3.4.1 Die Meßlösungen werden unter den bei Punkt 6.3.3.3 genannten Bedingungen analog den Bezugslösungen gemessen.

### 6.3.5 Berechnung

6.3.5.1 Die Berechnung des Phosphorgehaltes der Meßlösung ( $m_p$ ) erfolgt anhand der erstellten Kalibrierfunktion (6.3.3.4). Aus dem Phosphorgehalt der Meßlösung errechnet sich der Massenanteil des Phosphors  $w(P)$  zu:

$$w(P)\% = \frac{m_p \cdot 50 \cdot 100}{m_E \cdot 1000}$$

$w(P) \%$  = Massenanteil Phosphor in Prozent  
 $m_E$  = Einwaage in g  
 $m_p$  = Masse Phosphor der fotometrischen Messung in mg  
 50 = Aliquotierungsfaktor

## 7 Verfahrensbeurteilung

### 7.1 Synthetische Standards

#### 7.1.1 Präzision

Zur Validierung des Verfahrens wurden sechs synthetische Standards, deren Zusammensetzung der des Hartlotes entsprach, angesetzt und analog den Proben analysiert.

Verwendete Referenzmaterialien:

Kupfer: Kupferpulver SSMD, Charge 35071,  $w(\text{Cu}) > 99,9 \%$ , Norddeutsche Affinerie

Phosphor: Specpure ICP/DCP Stammlösung,  $\beta(\text{P}) = 1000 \pm 3 \mu\text{g/ml}$  in  $5 \%$   $\text{HNO}_3$ , Johnson Matthey GmbH

#### 7.1.1.1 Kupferbestimmung

Nr.	Cu eingesetzt im Aliquot [mg]	Cu gefunden im Aliquot [mg]	[%] des Sollwertes
1	114,7	114,6	99,91
2	114,7	114,4	99,74
3	114,8	114,5	99,74
4	114,8	114,7	99,91
5	114,7	114,6	99,91
6	114,8	114,8	100,00

$n = 6$   
 $\bar{x} = 99,88 \%$   
 $s = \pm 0,09$   
 $\text{RSD} = 0,09 \%$

### 7.1.1.2 Phosphorbestimmung

Nr.	P eingesetzt im Aliquot [mg]	P gefunden im Aliquot [mg]	[%] des Sollwertes
1	1,250	1,2550	100,40
2	1,250	1,2550	100,40
3	1,250	1,2503	100,02
4	1,250	1,2494	99,95
5	1,250	1,2508	100,06

n = 5  
 x = 100,17 %  
 s = ± 0,22  
 RSD = 0,22

### 7.1.2 Richtigkeit

Die Richtigkeit wurde durch Bestimmung der mittleren Wiederfindungsraten aus den 6 synthetischen Standards bestimmt.

	Cu	P
mittlere Wiederfindungsrate in %	99,88	100,17
oberer Wert in %	100,00	100,40
unterer Wert in %	99,78	99,95
Standardabweichung in %	0,09	0,22

## 7.2 Reale Probe

### 7.2.1 Präzision

Material: Hartlot, CP 203, Degussa Charge # 37427

Die Analyse der Probe wurde als 6-fach Bestimmung durchgeführt. Die relative Verfahrensstandardabweichung (RSD) der Elemente wurde ermittelt zu:

Element	Gehalt [%]	s	RSD [%]
Cu	93,73	± 0,054	0,058
P	6,21	± 0,026	0,42

Summe der Bestandteile = 99,94 %

### **Literatur**

- Praktikum der quantitativen anorganischen Analyse, Hermann Lux
- Theorie und Praxis der gravimetrischen Analyse II, Laszlo Erdey
- Book of ASTM Methods Chemical Analysis of Metals, American Society for Testing Materials
- Handbuch der Spurenanalyse II, Koch, Koch-Dedic

### **Anmerkung:**

**Für die werksinterne Fertigungskontrolle können andere Analyseverfahren angewandt werden.  
Im Schiedsfalle ist jedoch auf die angegebenen Methoden zurückzugreifen.**

## **Anlage 2** zu den Güte- und Prüfbestimmungen

### **Quantitative Bestimmung des Kupfer, Silber und Phosphorgehaltes in CP 105**

#### **Inhalt**

- 1 Anwendungsbereich
- 2 Grundlage des Verfahrens
- 3 Störungen
- 4 Chemikalien
- 5 Geräte
- 6 Durchführung
- 6.1 Lösen der Probe
- 6.2 Silberbestimmung
- 6.3 Kupferbestimmung
- 6.4 Phosphorbestimmung
- 7 Verfahrensbeurteilung
- 7.1 Synthetische Standards
- 7.2 Reale Probe
- 8 Literatur

#### **1 Anwendungsbereich**

Das Verfahren dient der quantitativen Bestimmung von Kupfer, Silber und Phosphor in Hartlot CP 105 nach DIN EN 1044.

Die spezifizierten Gehalte der Lot-Bestandteile betragen nach DIN EN 1044:

Phosphor 5,9 bis 6,5 m/m %  
Silber 1,5 bis 2,5 m/m %  
Kupfer Rest

Das Verfahren ist geeignet für die Bestimmung von Silber in einem Massenanteilsbereich von 1,5 - 4 m/m% und von Phosphor in einem Massenanteilsbereich von 5,0 - 12,5 m/m%.

#### **2 Grundlage des Verfahrens**

Das Hartlot wird salpetersauer gelöst. Silber wird als Silberchlorid gefällt und gravimetrisch bestimmt. Im Filtrat wird Kupfer elektrogravimetrisch und Phosphor nach Oxidation mit Kaliumpermanganat als Phosphorvanadomolybdänsäure fotometrisch bestimmt.

#### **3 Störungen**

Silber: keine  
Kupfer: Nitrat und Chlorid stören die Elektrolyse  
Phosphor: Silicium und Arsen stören die fotometrische Bestimmung



## 4 Chemikalien

- 4.1 Entionisiertes Wasser
- 4.2 Ethanol p.a.,  $w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96 \%$
- 4.3 Salpetersäure p.a.,  $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$
- 4.4 Salzsäure p.a.,  $w(\text{HCl}) = 37 \%$
- 4.5 Salzsäure (4.4) mit Wasser (4.1) 3 : 100 verdünnt
- 4.6 Waschlösung: Salpetersäure (4.3) mit Wasser (4.1) 1 : 200 verdünnt
- 4.7 Schwefelsäure p.a.,  $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 95 - 97 \%$
- 4.8 Kaliumpermanganatlösung,  $w(\text{KMnO}_4) = 2,5 \%$
- 4.9 Natriumnitritlösung,  $w(\text{NaNO}_2) = 1 \%$
- 4.10 Ammoniumvanadat p.a. ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ )
- 4.11 AmmoniumvanadatLösung: 2,50 g Ammoniumvanadat (4.10) werden in ca. 600 ml etwa 80 °C heißem Wasser (4.1) gelöst. Nach vollständigem Lösen werden 10 ml Salpetersäure (4.3) zugegeben und mit Wasser (4.1) auf 1 l aufgefüllt.
- 4.12 Ammoniumheptamolybdattetrahydrat p.a. ( $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4\text{H}_2\text{O}$ )
- 4.13 Ammoniummolybdatlösung: 100 g Ammoniumheptamolybdattetrahydrat (4.12) werden in ca. 600 ml etwa 50 °C heißem Wasser (4.1) gelöst und mit Wasser (4.1) auf 1 l aufgefüllt.
- 4.14 Kupferpulver,  $w(\text{Cu}) > 99,9 \%$
- 4.15 Silber-Stammlösung,  $\beta(\text{Ag}) = 10000 \pm 30 \mu\text{g/ml}$  in 5 %  $\text{HNO}_3$ ; (handelsüblich)
- 4.16 Phosphor-Stammlösung,  $\beta(\text{P}) = 1000 \pm 3 \mu\text{g/ml}$  in 5 %  $\text{HNO}_3$ ; (handelsüblich)
- 4.17 Verdünnte Phosphor-Stammlösung,  $\beta(\text{P}) = 100 \text{ mg/l}$ : 20 ml Phosphor-Stammlösung (4.16) werden in einem 200 ml Meßkolben (5.3) mit Wasser (4.1) zur Marke aufgefüllt.
- 4.18 Matrixlösung: 0,92 g Kupferpulver (4.14) werden in 10 ml Salpetersäure (4.3) gelöst und nach Zugabe von 2,0 ml Silberstammlösung (4.15) mit Wasser (4.1) auf 250 ml aufgefüllt.

## 5 Geräte

- 5.1 Analysenwaage (Ablesbarkeit : 0,1 mg)
- 5.2 Bechergläser, hohe Form (V = 100 ml, V = 150 ml, V = 400 ml) mit passenden Uhrgläsern
- 5.3 Meßkolben (V = 100 ml, V = 200 ml, V = 1000 ml)
- 5.4 Glasfiliertiegel (ca. 30 ml, D/G 4, Porenweite ca. 5 - 15 µm)  
Waschflasche (V = 500 ml)  
Glastulpe  
Wasserstrahlpumpe
- 5.5 Trockenschrank
- 5.6 Exsikkator mit Trockenmittel (z. B. Sicapent, Firma Merck)
- 5.7 Elektrolysegerät, rührfähig
- 5.8 Platinnetz (Netzfläche ca. 40 cm<sup>2</sup>, rund)
- 5.9 Platinspirale
- 5.10 Uhrglas (2 Hälften mit Loch)
- 5.11 UV-VIS Spektralfotometer (z. B. Firma Beckmann Typ DU-7)
- 5.12 Präzisionsküvette (Schichttiefe = 20,00 mm)
- 5.13 Glasvollpipetten (V = 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml, 25 ml, 30 ml, 50 ml)

## 6 Durchführung

Die Analyse wird mindestens als Doppelbestimmung durchgeführt. Hierbei darf die maximale Differenz der aus den Einzelwerten berechneten prozentualen Massenanteile bei Silber 0,04 m/m%, bei Phosphor 0,12 m/m% betragen

### 6.1 Lösen der Probe

Das Hartlot wird vor der Einwaage mit Ethanol (4.2) gereinigt und wieder getrocknet.

- 6.1.1 Eine auf 0,1 mg genau eingewogene Menge von 5,0 - 5,2 g Probe ( $m_E$ ) wird in einem 400 ml Becherglas (5.2) in 20 ml Salpetersäure (4.3) kalt gelöst und mit Wasser (4.1) auf ca. 200 ml verdünnt. Es wird so lange erhitzt, bis keine nitrosen Gase mehr entweichen.

## 6.2 Silberbestimmung

- 6.2.1 Nach Abkühlen auf ca. 70 °C wird so lange durch tropfenweise Zugabe der Salzsäure (4.5) unter Rühren gefällt, bis keine weitere Trübung mehr entsteht. Man läßt es ca. eine halbe Stunde heiß und möglichst lichtgeschützt stehen und kontrolliert dann die Vollständigkeit der Fällung durch Zugabe von einigen Tropfen Salzsäure (4.5).
- 6.2.2 Nach mindestens 5 Stunden Standzeit im Dunkeln (Löslichkeitsgleichgewicht) wird erneut die Vollständigkeit der Fällung durch Zugabe von einigen Tropfen Salzsäure (4.5) überprüft.
- 6.2.3 Der Glasfiliertiegel (5.4) wird einmal mit Salzsäure (4.4) und anschließend 4 mal mit Wasser (4.1) gespült. Er wird bei 130 °C eine Stunde im Trockenschrank (5.5) getrocknet, im Exsikkator (5.6) auf Raumtemperatur abgekühlt und gewogen ( $m_T$ ).
- 6.2.4 Der AgCl-Niederschlag wird quantitativ über den Glasfiliertiegel (5.4) unter Wasserstrahlvakuum abfiltriert und der Rückstand 10 mal mit ca. 10 ml der Waschlösung (4.6) gewaschen.
- 6.2.5 Nach Trockensaugen wird der Glasfiliertiegel (5.4) mit dem Niederschlag 2 Stunden bei 130 °C im Trockenschrank (5.5) bis zur Massenkonstanz getrocknet, im Exsikkator (5.6) auf Raumtemperatur abgekühlt und gewogen ( $m_A$ ).
- 6.2.6 Das Filtrat und die Waschlösung werden quantitativ in einen 1000 ml Meßkolben (5.3) überführt und mit Wasser (4.1) zur Marke aufgefüllt.
- 6.2.7 Berechnung

$$w(\text{Ag})\% = \frac{(m_A - m_T) \cdot F \cdot 100}{m_E}$$

$w(\text{Ag})\%$  = Massenanteil Silber in Prozent

$m_E$  = Einwaage in g

$m_A$  = Auswaage des getrockneten Silberchlorids mit Tiegel in g

$m_T$  = Masse des getrockneten Tiegels in g

F = stöchiometrischer Faktor, hier 0,7526

## 6.3 Kupferbestimmung

- 6.3.1 Ein 25,0 ml Aliquot des Filtrates aus der Silberchlorid-Fällung (6.2.6) wird in einem 150 ml Becherglas (5.2) mit 3 ml Schwefelsäure (4.7) versetzt und bis zum starken Rauchen der Schwefelsäure eingengt.
- 6.3.2 Es wird mit Wasser (4.1) und 1 ml Schwefelsäure (4.7) in der Wärme gelöst, abkühlen lassen und mit Wasser (4.1) auf ca. 75 ml verdünnt.

### 6.3.3 Elektrolytische Abscheidung des Kupfers

6.3.3.1 Das Platinnetz (5.8) wird zuerst mit Wasser (4.1), dann mit Ethanol (4.2) abgespült und 5 Minuten im Trockenschrank (5.5) bei 110 °C getrocknet. Es wird nach 15 minütigem Abkühlen im Exsikkator (5.6) gewogen ( $m_t$ ).

**Bemerkung:** Die Trocken- und Abkühlzeiten des Platinnetzes (5.8) müssen exakt eingehalten werden.

6.3.3.2 Das Platinnetz (6.3.3.1) (Kathode) wird so in die Lösung eingetaucht, daß zum Boden und zu den Wänden des Becherglases (5.2) etwa gleiche Abstände eingehalten werden. Es sollte noch ca. 5 mm aus der Lösung herausragen. Die Platinspirale (5.9) (Anode) muß sich genau in der Mitte des Platinnetzes (5.8) befinden.

6.3.3.3 Das Becherglas (5.2) wird mit den beiden Uhrglashälften (5.10) bedeckt. Nach Einschalten des Gerätes und des Rührers wird die Lösung bei 2,2 Volt elektrolysiert. Alsbald beginnt die Abscheidung von hellrotem Kupfer auf dem Platinnetz (5.8).

6.3.3.4 Sobald die Lösung entfärbt ist (nach ca. 1 Stunde) werden die Ränder des Becherglases (5.2) mit etwas Wasser (4.1) abgespült. Dabei steigt der Flüssigkeitsspiegel über die noch blanke Stelle des Platinnetzes (5.8). Es wird noch ca. 15 Minuten weiter elektrolysiert.

6.3.3.5 Die Elektrolyse ist vollständig, wenn sich an der neu eingetauchten Stelle kein weiteres Kupfer abscheidet. Sollte dies doch der Fall sein, muß der Vorgang gemäß Punkt 6.3.3.4 wiederholt werden.

6.3.3.6 Am Ende der Elektrolyse werden die Uhrglashälften mit Wasser (4.1) abgespült und entfernt. Das Becherglas (5.2) wird langsam abgesenkt, wobei gleichzeitig das mit Kupfer beladene Platinnetz (5.8) mit Wasser (4.1) gespült wird. Erst danach wird das Gerät und der Rührer abgeschaltet.

6.3.3.7 Das Platinnetz (5.8) wird noch mit Ethanol (4.2) gespült und 5 Minuten bei 110 °C im Trockenschrank (5.5) getrocknet. Nach 15 minütigem Abkühlen im Exsikkator (5.6) wird gewogen ( $m_a$ ).

6.3.3.8 Das Platinnetz (5.8) wird zur Reinigung in ein 150 ml Becherglas (5.2) mit wenig Salpetersäure (4.3) gestellt. Die Säure wird zum Sieden erhitzt. Die aufsteigenden und kondensierenden Säuredämpfe lösen das Kupfer vom Platinnetz (5.8) ab.

### 6.3.4 Berechnung

$$w(\text{Cu})\% = \frac{(m_a - m_t) \cdot 40 \cdot 100}{m_E}$$

$w(\text{Cu})\%$  = Massenanteil Kupfer in Prozent

$m_E$  = Einwaage in g

$m_a$  = Auswaage des getrockneten Kupfers mit Platinnetz in g

$m_t$  = Masse des getrockneten Platinnetzes in g

40 = Aliquotierungsfaktor

## 6.4 Phosphorbestimmung

### 6.4.1 Herstellen der Meßlösung

6.4.1.1 Ein 5,0 ml Aliquot des Filtrates der Silberchlorid-Fällung (6.2.6) wird in einem 100 ml Becherglas (5.2) mit 3 ml Salpetersäure (4.3) versetzt und zum Sieden erhitzt. Es wird so lange tropfenweise Kaliumpermanganatlösung (4.8) zugesetzt, bis die violette Farbe erhalten bleibt.

6.4.1.2 Überschüssiges Kaliumpermanganat und ausgefallener Braunstein werden durch tropfenweise Zugabe von Natriumnitritlösung (4.9) zerstört, bis die Lösung wieder klar ist.

6.4.1.3 Nach weiteren ca. 5 Minuten Sieden läßt man die Lösung abkühlen, überführt quantitativ mit Wasser (4.1) in einen 100 ml Meßkolben (5.3) und verdünnt auf ca. 70 ml.

6.4.1.4 Nach Zugabe von 10,0 ml Ammoniumvanadatlösung (4.11) und 10,0 ml Ammoniummolybdatlösung (4.13) wird mit Wasser (4.1) zur Marke aufgefüllt und gemischt.

**Bemerkung:** Die Ammoniummolybdatlösung (4.13) muß vor der Verwendung filtriert werden.

6.4.1.5 Nach 10 Minuten Reaktionszeit, in der sich der gelbe Farbkomplex entwickelt, wird die Lösung am Fotometer gemessen.

### 6.4.2 Herstellen der Blindwertlösung

6.4.2.1 Ein ca. 5 ml Aliquot der Matrixlösung (4.18) wird analog den Punkten 6.4.1.1. - 6.4.1.5 behandelt.

### 6.4.3 Kalibration des Fotometers (5.11)

6.4.3.1 Zur Erstellung der Kalibrierfunktion werden 4 Bezugslösungen hergestellt.

6.4.3.2 Die Herstellung der Bezugslösungen (Bzglsg.) erfolgt nach dem Schema:

Bzglsg. Nr.	Sollkonzentration [mgP/100 ml]	verd. Stammlösung (4.17) [ml]	Matrixlösung (4.18) [ml]
1	1	10,0	5
2	1,5	15,0	5
3	2	20,0	5
4	2,5	25,0	5

Die Bezugslösungen werden nach den Punkten 6.4.1.1 - 6.4.1.5 analog den Proben behandelt.

#### 6.4.3.3 Geräteparameter

Wellenlänge: 470 mm  
Küvette (5.12): 20,00 mm  
Funktion: Absorption  
Autozero: gegen die Blindwertlösung (6.4.2)

6.4.3.4 Es werden zunächst die Blindwert-, dann die Bezugslösungen gemessen. Durch lineare Regression der gemessenen Extinktionen mit den Konzentrationen der Bezugslösungen wird die Kalibrierfunktion erstellt. Der Korrelationskoeffizient sollte  $> 0,998$  sein.

#### 6.4.4 Messen der Meßlösung

6.4.4.1 Die Meßlösungen werden unter den bei Punkt 6.4.3.3 genannten Bedingungen analog den Bezugslösungen gemessen.

#### 6.4.5 Berechnung

6.4.5.1 Die Berechnung des Phosphorgehaltes der Meßlösung ( $m_p$ ) erfolgt anhand der erstellten Kalibrierfunktion (6.4.3.4). Aus dem Phosphorgehalt der Meßlösung errechnet sich der Massenanteil des Phosphors  $w(P)$  zu:

$$w(P)\% = \frac{m_p \cdot 200 \cdot 100}{m_E \cdot 1000}$$

$w(P) \%$  = Massenanteil Phosphor in Prozent  
 $m_E$  = Einwaage in g  
 $m_p$  = Masse Phosphor der fotometrischen Messung in mg  
200 = Aliquotierungsfaktor

## 7 Verfahrensbeurteilung

### 7.1 Synthetische Standards

#### 7.1.1 Präzision

Zur Validierung des Verfahrens wurden sechs synthetische Standards, deren Zusammensetzung der des Hartlotes entsprach, angesetzt und der Vorschrift entsprechend analysiert.

Verwendete Referenzmaterialien:

Kupfer: Kupferpulver SSMD, Charge 35071,  $w(\text{Cu}) > 99,9 \%$ , Norddeutsche Affinerie

Silber: Specpure ICP/DCP Standardlösung,  $\beta(\text{Ag}) = 10000 \pm 30 \mu\text{g/ml}$  in 5 %  $\text{HNO}_3$ ,  
Johnson Matthey GmbH

Phosphor: Specpure ICP/DCP Standardlösung,  $\beta(\text{P}) = 1000 \pm 3 \mu\text{g/ml}$  in 5 %  $\text{HNO}_3$ ,  
Johnson Matthey GmbH

7.1.1.1 Silberbestimmung

Nr.	Ag eingesetzt [mg]	Ag gefunden [mg]	[%] des Sollwertes
1	100,0	99,72	99,72
2	100,0	99,59	99,59
3	100,0	99,79	99,79
4	100,0	100,02	100,02
5	100,0	99,72	99,72
6	100,0	99,72	99,72

n = 6  
x = 99,76 %  
s = ± 0,15  
RSD = 0,15 %

7.1.1.2 Kupferbestimmung

Nr.	Cu eingesetzt im Aliquot [mg]	Cu gefunden im Aliquot [mg]	[%] des Sollwertes
1	114,7	114,6	99,91
2	114,7	114,4	99,74
3	114,8	114,5	99,74
4	114,8	114,7	99,91
5	114,7	114,6	99,91
6	114,8	114,8	100,00

n = 6  
x = 99,88 %  
s = ± 0,09  
RSD = 0,09 %

### 7.1.1.3 Phosphorbestimmung

Nr.	P eingesetzt im Aliquot [mg]	P gefunden im Aliquot [mg]	[%] des Sollwertes
1	1,250	1,2550	100,40
2	1,250	1,2550	100,40
3	1,250	1,2503	100,02
4	1,250	1,2494	99,95
5	1,250	1,2508	100,06

n = 5  
 x = 100,17 %  
 s = ± 0,22  
 RSD = 0,22

### 7.1.2 Richtigkeit

Die Richtigkeit wurde durch Bestimmung der mittleren Wiederfindungsraten aus den 6 synthetischen Standards bestimmt.

	Ag	Cu	P
mittlere Wiederfindungsrate in %	99,76	99,88	100,17
oberer Wert in %	100,02	100,00	100,40
unterer Wert in %	99,59	99,78	99,95
Standardabweichung in %	0,15	0,09	0,22

## 7.2 Reale Probe

### 7.2.1 Präzision

Material: Hartlot, CP 105 nach DIN EN 1044, Degussa Charge # 19008

Die Analyse der Probe wurde als 5-fach Bestimmung durchgeführt. Die relative Verfahrensstandardabweichung (RSD) der Elemente wurde ermittelt zu:

Element	Gehalt [%]	s	RSD [%]
Ag	1,77	± 0,004	0,22
Cu	91,86	± 0,15	0,16
P	6,15	± 0,029	0,47

Summe der Bestandteile = 99,78 %



## **8 Literatur**

- Praktikum der quantitativen anorganischen Analyse, Hermann Lux
- Theorie und Praxis der gravimetrischen Analyse II, Laszlo Erdey
- Book of ASTM Methods Chemical Analysis of Metals, American Society for Testing Materials
- Handbuch der Spurenanalyse II, Koch, Koch-Dedic

### **Anmerkung:**

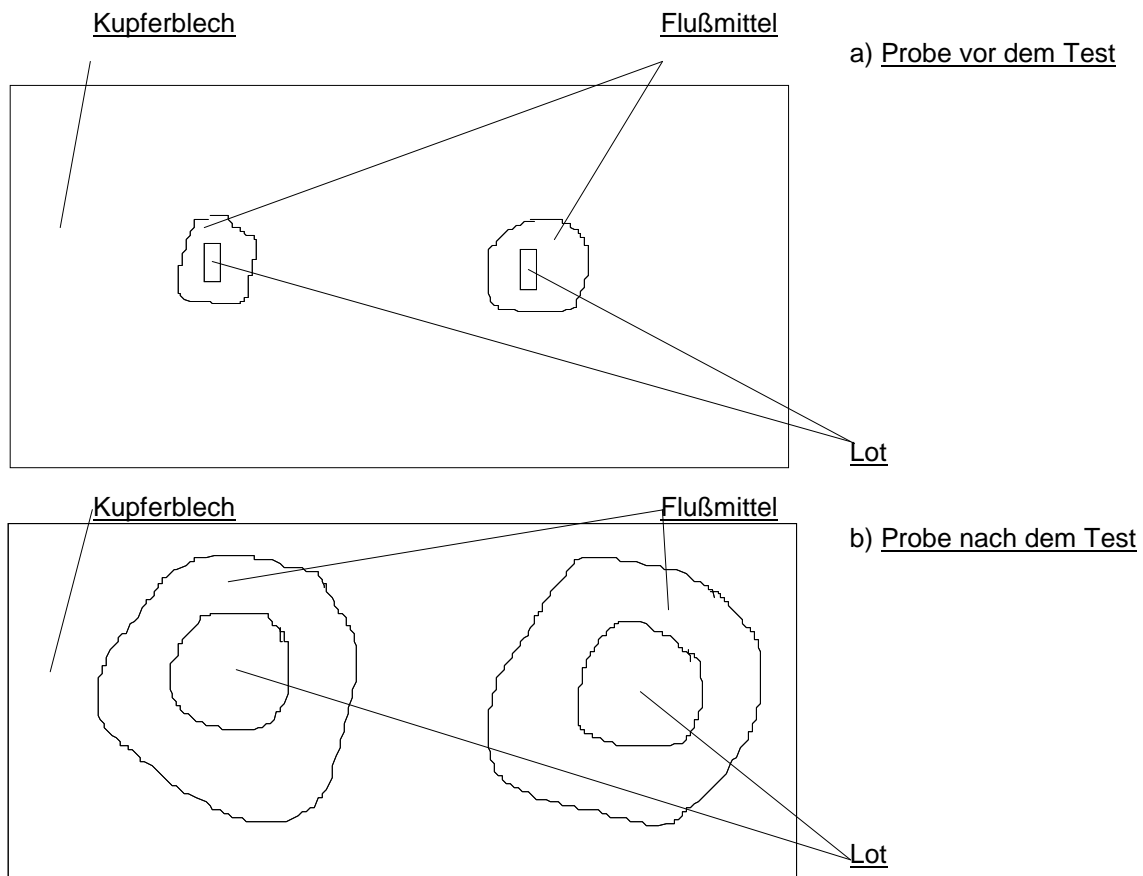
**Für die werksinterne Fertigungskontrolle können andere Analyseverfahren angewandt werden.  
Im Schiedsfalle ist jedoch auf die angegebenen Methoden zurückzugreifen.**

### Anlage 3 zu den Güte- und Prüfbestimmungen

#### Flußmittel-Funktionstest

Geprüft wird der Wirktemperaturbereich des Flußmittels, indem sein Schmelz- und Beizverhalten mit einem Testflußmittel verglichen wird. Als Testflußmittel kann das jeweils zuletzt geprüfte Muster, das diesen Test bestanden hat, verwendet werden. Die Prüfung wird folgendermaßen durchgeführt:

Auf einen planen Kupferblechabschnitt mit den Abmessungen 80 x 35 x 1 mm werden zwei Lotdrahtabschnitte des Lotes AG 104 DIN EN 1044, 1,5 mm Durchmesser, 5 mm lang, in einem Abstand von 40 mm voneinander aufgelegt. Auf die Lotdrahtabschnitte werden jeweils 0,2 g unmittelbar vor dem Versuch gut durchmischte Flußmittelpaste aufgegeben. Der Probekörper wird auf einen Metallklotz (Abmessungen 40 x 40 x 120 mm), der sich in einem Muffelofen befindet, erwärmt. Die Ofentemperatur sowie die Temperatur des Metallklotzes werden mit einem Thermoelement gemessen. Sobald Ofentemperatur und Metallklotz-Temperatur  $690\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  betragen, wird der Probekörper so auf den Metallklotz aufgelegt, daß er ganzflächig aufliegt. Nach 90 Sekunden Erwärmungsdauer wird er dem Ofen wieder entnommen und durch Besichtigung beurteilt. Das Lot muß das Kupferblech benetzt haben und auf ihm auseinandergelaufen sein (siehe Skizzenpunkt).



## **Anlage 4** zu den Güte- und Prüfbestimmungen

### **Prüfstellen**

Die Prüfungen werden von folgenden, vom DVGW Deutscher Verein des Gas- und Wasserfaches e.V., Bonn, benannten Prüfstellen durchgeführt:

MPA Materialprüfanstalt für Werkstoffe  
des Maschinenwesens und Kunststoffe  
Appelstraße 11 A  
D-30167 Hannover

Telefon: 0511/ 762-4362  
Telefax: 0511/762-5245

Landesgewerbeanstalt Bayern  
Materialprüfungsamt  
Betonstahl und metallische Werkstoffe  
Tillystraße 2  
90431 Nürnberg

Telefon-Nr. 0911/6555 0  
Telefax-Nr. 0911/6555 404

Landesmaterialprüfamt Sachsen-Anhalt  
Große Steinernetischstr. 4  
39104 Magdeburg

Telefon (0391) 56 92 0  
Telefax (0391) 56 92 333

Materialprüfungsamt  
Nordrhein-Westfalen  
Marsbruchstraße 186  
44287 Dortmund

Telefon (0231) 45 02 0  
Telefax (0231) 45 02 549

## **Anlage 5** zu den Güte- und Prüfbestimmungen

### **Verpackung von Hartloten und Hartlötflußmitteln mit Gütezeichen RAL**

Entsprechend der Punkte 2.1.5 und 2.2.4 "Verpackung" der Gütebedingungen für Hartlote und Hartlötflußmittel sind Hartlote und Hartlötflußmittel mit Gütezeichen RAL in einer angemessenen einheitlichen Verpackung zu liefern.

Unter Berücksichtigung dieser Gesichtspunkte wird von der Gütegemeinschaft als angemessene einheitliche Verpackung angesehen:

#### **1. Verpackung**

- 1.1 Bei Hartloten in Mengen über 1 kg ist eine Kartonverpackung, in Mengen von 1 kg oder weniger eine Karton- oder Schlauchverpackung vorzusehen.
- 1.2 Bei Hartlötflußmitteln Gebinde aus Blech oder Kunststoff mit lösbaren dichtenden Verschlüssen.

#### **2. Verpackungsmaterial**

Die Verpackungsmaterialien dürfen keine Stoffe enthalten oder Eigenschaften aufweisen, die bei längerer Lagerung für das verpackte Gut schädlich sein können. Die Verantwortung dafür liegt beim Gütezeichen führenden Betrieb, der im Zweifelsfall den Nachweis für die Einhaltung dieser Forderung zu führen hat. Eine Überprüfung im Rahmen der Güteüberwachung oder bei der Zulassung ist nicht vorgesehen.

#### **3. Kennzeichnung der Packungen**

Die Packungen müssen wie folgt gekennzeichnet sein:

1. DIN- bzw. DIN EN-Kurzzeichen
2. Markenname, soweit vorhanden
3. Firmenname mit Anschrift, Firmenzeichen
4. Nettogewicht
5. Gütezeichen
6. Verwendungshinweis
7. erforderliche Kennzeichnung lt. GefStoffV
8. Chargen-Nummer oder Produktionsdatum