

Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe
Chemische Analyse von Alumosilicaten der Feinkeramik
 Teil 2: Bestimmung von Silicium(IV)-oxid

DIN
51083-2

ICS 81.060.10

 Ersatz für
 DIN 51083-2 : 1979-11

Testing of ceramic materials — Chemical analysis of alumosilicates —
 Part 2: Determination of silicium(IV)-oxide

Essai des matières premières et des matériaux céramiques — Analyse
 chimique des produits silico-argileux — Partie 2: Détermination de
 l'oxyde de silicium(IV)

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 261 „Chemische Analyse von oxidischen Roh- und Werkstoffen“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Allgemeine Angaben siehe DIN 51083-1.

DIN 51083 „Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Chemische Analyse von Alumosilicaten der Feinkeramik“ besteht aus:

- Teil 1: Allgemeine Angaben, Prüfbericht
- Teil 2: Bestimmung von Silicium(IV)-oxid
- Teil 3: Aufschlussverfahren
- Teil 4: Bestimmung von Aluminiumoxid
- Teil 5: Bestimmung von Titan(IV)-oxid
- Teil 6: Bestimmung des Gesamtgehaltes an Eisen und Mangan durch Atomabsorptionsspektrometrie
- Teil 7: Bestimmung von Calciumoxid (CaO)
- Teil 8: Bestimmung von Magnesiumoxid (MgO) durch Atomabsorptionsspektrometrie
- Teil 9: Photometrische Bestimmung von Phosphor(V)-oxid
- Teil 10: Bestimmung von Natrium-, Kalium- und Lithiumoxid
- Teil 11: AAS-Bestimmung von Bariumoxid (BaO) und Strontiumoxid (SrO)

Änderungen

Gegenüber DIN 51083-2 : 1979-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Normative Verweisungen aktualisiert.
- b) Inhalt redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 51083-2: 1979-11

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt zwei Aufschlussverfahren zur Bestimmung von Silicium(IV)-oxid in Alumosilicaten der Feinkeramik mit Massenanteilen an Silicium(IV)-oxid von 20 % bis 90 %, an Aluminiumoxid $\leq$ 45 % und geringen Anteilen schwierig aufschließbarer Bestandteile $\leq$ 1 %, wie z. B. Korund, fest.

Für die Bestimmung von Silicium(IV)-oxid mit einem Massenanteil von 90 % bis 98 % gilt DIN EN 955-2 und mit einem Massenanteil größer als 98 % gelten DIN 52342-1, DIN 52342-2, DIN 52342-3, DIN 52342-4, DIN 52342-5, DIN 52342-6 und DIN 52342-7.

Für die Prüfung von Verbindungen mit Massenanteilen an Aluminiumoxid größer als 45 % bis 95 % gilt DIN EN 955-2.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 51083-1

Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Chemische Analyse von Alumosilicaten der Feinkeramik — Allgemeine Angaben, Prüfbericht

Fortsetzung Seite 2 bis 4

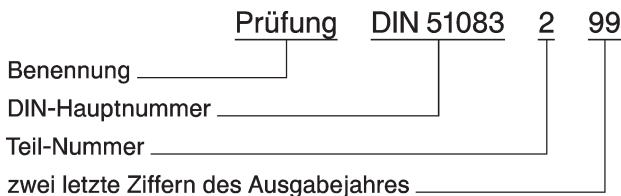
Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Nach dem Aufschluss der Probe mit Natriumcarbonat bzw. bei Anwesenheit von schwierig aufschließbaren Bestandteilen mit einer Mischung aus Natriumcarbonat-*di*-Natriumtetraborat wird die Hauptmenge der Kieselsäure entwässert und gravimetrisch bestimmt.

Die Restkieselsäure wird photometrisch nach dem Molybdänblau-Verfahren (reduzierte Silicomolybdän-säure) bestimmt.

4 Bezeichnung des Verfahrens



5 Geräte

Übliches Laborgerät und zusätzlich:

- 5.1 **Analysenwaage**, auf 0,1 mg ablesbar
- 5.2 **Ofen**, auf mindestens $(1175 \pm 25)^\circ\text{C}$ regelbar
- 5.3 **Wärmeschrank**, auf mindestens $(135 \pm 5)^\circ\text{C}$ regelbar, z. B. nach DIN 12880-1
- 5.4 **Photometer**
- 5.5 **Heizplatte**, regelbar
- 5.6 **Oberflächenstrahler**, z. B. Infrarot-Strahler
- 5.7 **Platinschale**, Durchmesser mindestens 60 mm, mit Deckel
- 5.8 **Platinspatel**
- 5.9 **Platintiegel**
- 5.10 **Messkolben** aus Kunststoff, 500 ml Nennvolumen
- 5.11 **Messkolben**, 100 ml, 200 ml, 250 ml Nennvolumen, z. B. nach DIN 12664-2
- 5.12 **Vollpipette**, 5 ml Nennvolumen, z. B. nach DIN 12691

6 Reagenzien

Zur Analyse sind nur Reagenzien bekannter analytischer Reinheit und entionisiertes Wasser oder Wasser ähnlicher Reinheit zu verwenden.

- 6.1 **Natriumcarbonat** Na_2CO_3 , wasserfrei, gepulvert
- 6.2 **Natriumhydroxid** NaOH
- 6.3 **Methanol** CH_4O
- 6.4 **Salzsäure** HCl , $c(\text{HCl}) \approx 0,01 \text{ mol/l}$
- 6.5 **Salzsäure** HCl , $c(\text{HCl}) \approx 6 \text{ mol/l}$
- 6.6 **Salzsäure** HCl , $w(\text{HCl}) \approx 38 \%$

6.7 **Schwefelsäure** H_2SO_4 , $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 6 \text{ mol/l}$

6.8 **Schwefelsäure** H_2SO_4 , $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 9 \text{ mol/l}$

6.9 **Flusssäure** H_2F_2 , $w(\text{H}_2\text{F}_2) = 40 \%$

6.10 **Ammoniumhydroxid**

NH_4OH , $w(\text{NH}_4\text{OH}) \approx 25 \%$

6.11 **Aufschlussmischung**: 5 Massenanteile Natriumcarbonat Na_2CO_3 werden mit 1 Massenanteil *di*-Natriumtetraborat $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ gemischt.

6.12 **Ammonium-Eisen(III)-sulfatlösung**: 100 g Ammonium-Eisen(III)-sulfat $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ werden unter Zusatz von 300 ml Salzsäure (6.6) zu 1 l gelöst.

6.13 **Ammoniummolybdatlösung**: 150 g Ammoniummolybdat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ werden zu 1 l gelöst.

6.14 **Oxalsäurelösung**: 100 g Oxalsäure $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ werden zu 1 l gelöst.

6.15 **Eisen(II)-sulfatlösung**: 10 g Eisen(II)-sulfat $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ werden unter Zusatz von 4 Tropfen Schwefelsäure (6.7) zu 100 ml gelöst. Diese Lösung ist jeweils vor Gebrauch frisch anzusetzen.

6.16 **Silicium(IV)-oxid-Stammlösung A**: $(0,25 \pm 0,0005) \text{ g}$ Silicium(IV)-oxid mit einem Massenanteil von mindestens 99,5 % SiO_2 werden in dem Platintiegel (5.9) mit 1 g Natriumcarbonat (6.1) geschmolzen und die Schmelze in einem Kunststoffgefäß in etwa 300 ml Wasser unter Zusatz von 20 g Natriumhydroxid (6.2) gelöst. Die Lösung wird auf 20°C gebracht, in den Messkolben (5.10) übergeführt und bis zur Marke aufgefüllt. 1 ml dieser Stammlösung entspricht 0,5 mg SiO_2 .

6.17 **Silicium(IV)-oxid-Stammlösung B**: 20 ml der Silicium(IV)-oxid-Stammlösung A (6.16) werden auf 250 ml verdünnt. Diese Lösung ist bei Bedarf täglich frisch herzustellen. 1 ml dieser Lösung entspricht 0,04 mg SiO_2 .

7 Bestimmung nach Aufschluss mit Natriumcarbonat

7.1 Aufschluss der Probe und gravimetrische Bestimmung des abgeschiedenen Silicium(IV)-oxids

Dieses Aufschlussverfahren wird für Proben eingesetzt, die keine schwierig aufschließbaren Bestandteile enthalten.

Etwa 1 g der nach DIN 51083-1 gewonnenen, feinzerkleinerten und bei $(135 \pm 5)^\circ\text{C}$ getrockneten Analysenprobe wird auf 0,0002 g in die Platinschale (5.7) eingewogen (Einwaage m_E).

Die Probe wird mit dem Platinspatel (5.8) gründlich mit 5 g Natriumcarbonat (6.1) vermischt. Nach Bedecken der Schale wird zunächst über dem Brenner mit kleiner Flamme erhitzt und dann die Temperatur so gesteigert, dass im Laufe von etwa 5 min die mit dem Brenner zu erzielende Höchsttemperatur erreicht wird. Die Schale wird noch weitere 5 min bei dieser Temperatur gehalten und, ohne sie abkühlen zu lassen, in den auf $(1175 \pm 25)^\circ\text{C}$ aufgeheizten Ofen (5.2) gebracht, in dem sie noch 5 min bis 10 min glühen muss.

Bei der Bestimmung des Blindwertes ist das Natriumcarbonat (6.1) nur über dem Brenner zu schmelzen.

Nach dem Herausnehmen und Abkühlen der bedeckten Schale wird die Schmelze mit 30 ml Salzsäure (6.5)