

DIN 51084

ICS 81.040.10; 81.060.10

Ersatz für
DIN 51084:1990-07**Prüfung von oxidischen Roh- und Werkstoffen für Keramik, Glas und
Glasuren –
Bestimmung des Gehaltes an Fluorid**

Testing of oxidic raw and basic materials for ceramic, glass and glazes –
Determination of fluoride content

Essai des matières premières pour la fabrication des matériaux en céramique, verre ou
émail –
Dosage du fluorure

Gesamtumfang 13 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Kurzbeschreibung	3
4 Geräte	4
5 Reagenzien	6
6 Probenahme	8
7 Probenvorbereitung	8
8 Durchführung	8
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	11
10 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Ringversuchsergebnisse	12
Literaturhinweise	13
 Bilder	
Bild 1 — Beispiel einer Pyrohydrolyse-Apparatur mit Rohrofen	5
 Tabellen	
Tabelle A.1 — Ergebnisse des Ringversuchs zur elektrometrischen und ionenchromatographischen Bestimmung von Fluorid	12

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom NA 062-02-61 AA „Chemische Analyse von oxidischen Roh- und Werkstoffen“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Änderungen

Gegenüber DIN 51084:1990-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Wasserdampf-Säure-Destillation (Verfahren A) gestrichen;
- b) ionenchromatographisches Bestimmungsverfahren ergänzt;
- c) Inhalt redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 51084: 1990-07

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Fluorid im Bereich von 20 mg/kg bis 5 000 mg/kg in oxidischen Roh- und Werkstoffen für Keramik, Glas und Glasuren, z. B. Feldspäten, Kaolinen, Tonen, Kalkstein, Quarz, fest.

ANMERKUNG Ein weiteres Verfahren zur Fluor-Bestimmung in festen Brennstoffen und deren Verbrennungsrückständen ist in DIN 51723 beschrieben.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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).

DIN 51061-2, *Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Teil 2: Probenahme keramischer Rohstoffe*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren*

ISO 5022, *Shaped refractory products — Sampling and acceptance testing*

3 Kurzbeschreibung

3.1 Aufschlussverfahren

3.1.1 Pyrohydrolyse

Die Abtrennung des Fluorids durch Pyrohydrolyse geschieht in einem Rohrofen bei 1 050 °C im überhitzten Wasserdampfstrom in Gegenwart eines Katalysators. Dabei entstehen flüchtige Fluorverbindungen bzw. in Anwesenheit von Kieselsäure flüchtige Hexafluorokieselsäure. Diese hydrolisiert im Wasser des Destillats zu Fluorid-Ionen.

ANMERKUNG Bei einigen keramischen Rohstoffen, z. B. bei fluoridhaltigem Apatit, sind Aufschlusstemperaturen über 1 100 °C erforderlich, die stoffspezifisch ermittelt werden.

3.1.2 Sinter-Extraktion

In einem Platintiegel wird die Probenmenge mit einem Gemisch aus Natriumcarbonat und Zinkoxid bei 1 000 °C gesintert. Die erkaltete Schmelze wird mit Wasser auf dem Wasserbad extrahiert, filtriert und das Filtrat mit Salzsäure neutralisiert.

3.2 Bestimmungsverfahren

In den nach dem Aufschluss erhaltenen Lösungen wird der Gehalt an Fluorid elektrometrisch (mittels fluoridionenselektiver Elektrode), durch Ionenchromatographie oder photometrisch als Alizarin-EDTA-Komplex bei einer Wellenlänge von 620 nm bestimmt.

4 Geräte

4.1 Allgemeines

Es sind übliches Laborgerät sowie die Geräte nach 4.2 bis 4.6 zu verwenden.

4.2 Geräte für die Pyrohydrolyse

4.2.1 Platinschiffchen zur Aufnahme der Probe, z. B. aus Pt/Au 95/5.

4.2.2 Pyrohydrolyse-Apparatur (siehe Bild 1), bestehend aus einem Rohofen, ausgelegt auf mindestens 1 100 °C mit Temperatur-Regeleinrichtung, Quarz-Reaktionsrohr mit Schliffverbindungen, Wasserdampferzeuger und Kondensatkühler mit Auffangvorlage.

4.2.3 Achatreibschale

4.2.4 Schwarzes Glanzpapier

4.3 Geräte für die Sinter-Extraktion

4.3.1 Platintiegel mit Platindeckel, z. B. aus Pt/Au 95/5.

4.3.2 Laborofen, elektrisch, auf 1 000 °C heiz- und regelbar.

4.3.3 Wasserbad oder ähnliche Heizquelle zur Einhaltung von etwa 95 °C.

4.3.4 Polypropylenbecher, Nennvolumen 100 ml und 500 ml.