

DIN 55912-2

ICS 87.060.10

Ersatz für
DIN 55912-2:1999-10,
DIN 55912-2 Beiblatt 1:1999-10
und
DIN 55912-2 Beiblatt 2:1999-10

**Pigmente –
Titandioxid-Pigmente –
Teil 2: Analysenverfahren**

Pigments –
Titanium dioxide pigments –
Part 2: Analytical methods

Pigments –
Pigments à base d'oxyde de titane –
Partie 2: Méthodes d'analyse

Gesamtumfang 24 Seiten

DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Probenahme und Probenvorbereitung	5
5 Anzahl der Analysen	6
6 Bestimmung des Titandioxid-Gehaltes in Titandioxid-Pigmenten	6
7 Bestimmung der Gehalte der Nebenbestandteile Al_2O_3, MnO, P_2O_5, Sb_2O_3, SiO_2, ZnO und ZrO_2 in Titandioxid-Pigmenten durch Röntgenfluoreszenzanalyse	6
7.1 Kurzbeschreibung	6
7.2 Geräte	6
7.3 Reagenzien	6
7.4 Aufstellen von Kalibrierkurven	6
7.5 Probenvorbereitung	7
7.6 Durchführung und Auswertung	7
7.7 Präzision	7
8 Bestimmung der Gehalte der Nebenbestandteile Al_2O_3, ZnO und MnO in Titandioxid-Pigmenten durch Atomabsorptionsspektrometrie	8
8.1 Kurzbeschreibung	8
8.2 Geräte	8
8.3 Reagenzien	8
8.4 Aufschluss	9
8.5 Bestimmung	9
8.5.1 Einstellung des AAS-Gerätes	9
8.5.2 Blindwertlösung	9
8.5.3 Nullwertlösung	10
8.5.4 Aufstellen der Kalibrierkurve	10
8.5.5 Durchführung	11
8.6 Auswertung	11
8.6.1 Gehalt an Aluminium	11
8.6.2 Gehalt an Zinkoxid	11
8.6.3 Gehalt an Manganoxid	12
8.7 Präzision	13
9 Bestimmung des Gehaltes des Nebenbestandteils P_2O_5 in Titandioxid-Pigmenten (volumetrisches Verfahren)	13
9.1 Kurzbeschreibung	13
9.2 Geräte	13
9.3 Reagenzien	13
9.4 Durchführung	14
9.5 Auswertung	14

9.6	Präzision.....	14
10	Bestimmung des Gehaltes des Nebenbestandteils SiO ₂ in Titandioxid-Pigmenten (gravimetrisches Verfahren)	15
10.1	Kurzbeschreibung.....	15
10.2	Geräte.....	15
10.3	Reagenzien.....	15
10.4	Durchführung	15
10.5	Auswertung.....	16
11	Prüfbericht.....	16
Anhang A (informativ) Beispiel für die Bestimmung von Nebenbestandteilen mit der Röntgenfluoreszenzanalyse		17
A.1	Allgemeines	17
A.2	Geräte.....	17
A.3	Reagenzien.....	17
A.4	Probenvorbereitung.....	18
A.5	Durchführung und Auswertung	18
Anhang B (informativ) Erstellung einer Kalibrierkurve mit der Röntgenfluoreszenzanalyse		19
B.1	Allgemeines	19
B.2	Kurzbeschreibung.....	19
B.3	Geräte.....	19
B.4	Reagenzien.....	20
B.5	Aufstellung der Kalibrierkurven	20
B.5.1	Herstellung der Schmelztabletten.....	20
B.5.2	Messung	21
B.6	Auswertung.....	21
B.6.1	Berechnung.....	21
B.6.2	Rechnerische Auswertung des Beispiels	22
B.6.3	Graphische Auswertung des Beispiels.....	23
Literaturhinweise.....		24

Vorwort

Diese Norm wurde im NA 078-00-03 AA „Allgemeine Prüfverfahren für Farbmittel und Füllstoffe“ im DIN-Normenausschusses Pigmente und Füllstoffe (NPF) erarbeitet.

Diese Norm ergänzt DIN EN ISO 591-1.

Für die Bestimmung von Antimontrioxid in Titandioxid im Bereich von 0,01 % bis 0,5 % Sb_2O_3 ist dem Arbeitsausschuss kein einfaches und zuverlässiges Verfahren bekannt. Alternativ zur Röntgenfluoreszenzanalyse können die instrumentellen Analysenverfahren Atomabsorptionsspektrometrie-(AAS-)Hydridtechnik und ICP-MS (Induktiv gekoppeltes Plasma — Massenspektrometrie) angewendet werden.

Zur Bestimmung von Zirkondioxid in Titandioxid im Bereich von 0,1 % bis 2 % ZrO_2 liegt ebenfalls kein einfaches Alternativverfahren zur Röntgenfluoreszenzanalyse vor. Die instrumentellen Analysenverfahren ICP-OES (Induktiv gekoppeltes Plasma — Optische Emissionsspektrometrie) und ICP-MS können jedoch angewendet werden.

Anhang A enthält ein Beispiel für die Bestimmung von Aluminium, Mangan, Phosphor, Silicium, Zinn und Zirkonium in Titandioxid-Pigmenten durch Röntgenfluoreszenzanalyse.

Anhang B beschreibt die Erstellung einer Kalibrierkurve am Beispiel der Aluminiumbestimmung in Titandioxid-Pigmenten durch Röntgenfluoreszenzanalyse.

In dieser Norm bedeutet % bei Angabe von Gehalten Massenanteil in Prozent. Falls nichts anderes angegeben wird, gilt für Reagenzien der Reinheitsgrad „zur Analyse“.

Änderungen

Gegenüber DIN 55912-2:1999-10, DIN 55912-2 Beiblatt 1:1999-10 und DIN 55912-2 Beiblatt 2:1999-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) DIN 55912-2 Beiblatt 1:1999-10 und DIN 55912-2 Beiblatt 2:1999-10 wurden als informative Anhänge aufgenommen;
- b) Bild 1 wurde sprachneutral überarbeitet;
- c) ein Abschnitt Begriffe wurde aufgenommen;
- d) die Norm wurde redaktionell überarbeitet und den aktuellen Gestaltungsregeln angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN 55912-2: 1960-11, 1977-01, 1999-10
DIN 55912-2 Beiblatt 1: 1999-10
DIN 55912-2 Beiblatt 2: 1999-10

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Bestimmung des Titandioxid-Gehaltes und des Gehaltes der Nebenbestandteile in Titandioxid-Pigmenten.

Nebenbestandteile sind im Sinne dieser Norm sind die folgenden Verbindungen in den angegebenen Bereichen:

- Al_2O_3 : 0,1 % bis 5,0 %;
- MnO : 0,05 % bis 0,5 %;
- P_2O_5 : 0,1 % bis 5,0 %;
- Sb_2O_3 : 0,01 % bis 0,5 %;
- SiO_2 : 0,1 % bis 11,0 %;
- ZnO : 0,1 % bis 1,0 %;
- ZrO_2 : 0,1 % bis 2,0 %.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 EN ISO 591-1, *Titandioxid-Pigmente — Teil 1: Anforderungen und Prüfverfahren*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

DIN EN ISO 18451-1, *Pigmente, Farbstoffe und Füllstoffe — Begriffe — Teil 1: Allgemeine Begriffe*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN EN ISO 18451-1.

4 Probenahme und Probenvorbereitung

Für die Bestimmung nach Abschnitt 6 bis Abschnitt 9 nach DIN EN ISO 15528 eine Endprobe nehmen, die für jeweils mindestens zwei Bestimmungen ausreicht.

Vor Beginn der Analyse die Probe 2 h bei 105 °C in einem Wärmeschrank trocknen.

5 Anzahl der Analysen

Die Bestimmungen nach Abschnitt 6 bis Abschnitt 9 mindestens zweifach durchführen.

6 Bestimmung des Titandioxid-Gehaltes in Titandioxid-Pigmenten

Den Titandioxid-Gehalt nach DIN EN ISO 591-1 bestimmen.

7 Bestimmung der Gehalte der Nebenbestandteile Al_2O_3 , MnO , P_2O_5 , Sb_2O_3 , SiO_2 , ZnO und ZrO_2 in Titandioxid-Pigmenten durch Röntgenfluoreszenzanalyse

7.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird in einem geeigneten Probenhalter der Primärstrahlung einer Röntgenröhre ausgesetzt. Die Wellenlängen der dabei entstehenden Röntgenfluoreszenz-Strahlung sind charakteristisch für die zu analysierenden Elemente, und ihre Nettoimpulsraten bei im Wesentlichen gleicher Matrix sind ein Maß für den Gehalt der entsprechenden Elemente. Die spektrale Zerlegung der Fluoreszenzstrahlung erfolgt bei wellenlängendispersiven Spektrometern durch Beugung an geeigneten Analysatorkristallen.

7.2 Geräte

7.2.1 Einrichtungen zum Herstellen von Schmelztabletten oder von Pulverpresslingen.

7.2.2 Wellenlängendispersives Röntgenfluoreszenz-Spektrometer.

7.3 Reagenzien

7.3.1 Flussmittel, z. B. Lithiumborat.

7.3.2 Kalibrierproben von Titandioxid-Pigmenten mit bekannten Gehalten an Al_2O_3 , MnO , P_2O_5 , Sb_2O_3 , SiO_2 , ZnO und ZrO_2 .

7.3.2.1 Schmelztabletten

Zum Herstellen von Schmelztabletten werden Gemische aus Titandioxid und Oxiden der Nebenbestandteile mit einem Flussmittel (7.3.1) aufgeschlossen. Dosierte wird gravimetrisch.

7.3.2.2 Pulverpresslinge

Zum Herstellen von Pulverpresslingen werden Titandioxid-Proben verwendet, in denen die zu bestimmenden Oxide schon vorhanden sind oder ihnen (bevorzugt durch Fällung) zugemischt werden. In jedem Fall ist eine Gehaltsbestimmung durch andere geeignete Prüfverfahren erforderlich.

7.4 Aufstellen von Kalibrierkurven

Die Kalibrierproben nach 7.3.2 werden in die Probenhalter des Röntgenfluoreszenz-Spektrometers gegeben, und es wird ein Messprogramm zur Aufstellung von Kalibrierkurven durchgeführt. Hierbei ist die Bedienungsanleitung des Geräteherstellers einzuhalten. Die Auswertung der Messung ist anhand eines Beispiels im Anhang B beschrieben.

7.5 Probenvorbereitung

Aus der Probe (Abschnitt 4) werden durch Schmelzen mit einem Flussmittel (7.3.1) Schmelztabletten oder, durch Verpressen zu einer Tablette, Pulverpresslinge hergestellt.

7.6 Durchführung und Auswertung

Die hergestellten Schmelztabletten oder Pulverpresslinge (7.5) in den Probenhalter des Röntgenfluoreszenz-Spektrometers geben und eine quantitative Analyse durchführen. Hierbei ist die Bedienungsanleitung des Geräteherstellers einzuhalten. Die Auswertung erfolgt über Kalibrierkurven, die für jedes Element mit Hilfe von Kalibrierproben (7.3.2) erstellt wurden.

Die ermittelten Gehalte der entsprechenden Elemente werden mit dem jeweiligen stöchiometrischen Faktor der Oxide umgerechnet.

7.7 Präzision

Bei einem durchgeführten Ringersuch wurden die in Tabelle 1 dargestellten Verfahrenskennndaten ermittelt:

Tabelle 1 — Verfahrenskennndaten

Parameter	L	N	$\bar{x}$ %	S_R %	V_R %	S_I %	V_I %
Al ₂ O ₃	3	18	0,19	0,019	9,8	0,01	5,4
	3	18	1,49	0,022	1,5	0,01	0,8
	3	18	4,82	0,098	2,0	0,02	0,4
MnO	3	18	0,30	0,011	3,6	0,002	0,6
	3	18	0,32	0,020	6,3	0,006	2,3
P ₂ O ₅	3	18	0,15	0,034	23	0,006	3,9
	3	18	0,62	0,027	4,4	0,014	2,3
	3	18	2,86	0,064	2,2	0,014	0,5
Sb ₂ O ₃	2	12	0,036	0,003	7,1	0,001	2,2
	2	12	0,41	0,025	6,3	0,003	0,8
SiO ₂	3	18	0,13	0,013	11	0,013	11
	3	18	0,99	0,040	4,1	0,009	0,9
	3	18	8,76	0,10	1,2	0,023	0,3
ZnO	2	12	0,45	0,028	6,3	0,005	1,0
ZrO ₂	2	12	0,47	0,035	7,4	0,004	0,9
	2	12	1,07	0,069	5,4	0,005	0,4

L Anzahl der Laboratorien

N Anzahl der Messungen

$\bar{x}$ Gesamt-Mittelwert

S_R Vergleich-Standardabweichung

V_R Vergleich-Variationskoeffizient

S_I Wiederhol-Standardabweichung

V_I Wiederhol-Variationskoeffizient

8 Bestimmung der Gehalte der Nebenbestandteile Al_2O_3 , ZnO und MnO in Titandioxid-Pigmenten durch Atomabsorptionsspektrometrie

8.1 Kurzbeschreibung

Die Atomabsorptionsspektrometrie beruht auf der Messung der selektiven Absorption einer element-spezifischen Strahlung durch den Atomdampf der zu analysierenden Probe. Die Absorption kommt zustande durch die Anregung der Valenzelektronen vom Grundzustand in angeregte Elektronenzustände durch geeignete monochromatische Strahlung (siehe auch DIN 51401 und DIN 51401 Beiblatt 1).

ANMERKUNG Folgende Abkürzungen sind eingeführt und werden auch in dieser Norm angewendet:

- AAS für Atomabsorptionsspektrometrie;
- AAS-Gerät für Atomabsorptionsspektrometer.

8.2 Geräte

Übliche Laborgeräte, zusammen mit:

8.2.1 Analysewaage, mit der auf 0,1 mg gewogen werden kann.

8.2.2 AAS-Gerät mit einer geeigneten Lichtquelle, z. B. einer elementspezifischen Hohlkathodenlampe.

Die von der Herstellerfirma des Gerätes angegebenen Betriebsbedingungen sind zu beachten. Als Atomisierungsgeräte-Einheiten werden Brennerköpfe für Acetylen/Lachgas bzw. Acetylen/Luft angewendet.

8.2.3 Platintiegel, etwa 50 ml Nennvolumen.

8.3 Reagenzien

8.3.1 Destilliertes Wasser oder Wasser vergleichbarer Reinheit.

8.3.2 Flusssäure, $w(\text{HF}) = 48\%$.

8.3.3 Salzsäure, $w(\text{HCl}) = 37\%$.

8.3.4 Borsäurelösung, $\beta(\text{H}_3\text{BO}_3) = 40\text{ g/l}$.

8.3.5 Stammlösungen für die AAS.

8.3.5.1 Aluminium, $\beta(\text{Al}) = 1,000\text{ mg/ml}$.

8.3.5.2 Zink, $\beta(\text{Zn}) = 1,000\text{ mg/ml}$.

8.3.5.3 Mangan, $\beta(\text{Mn}) = 1,000\text{ mg/ml}$.

8.3.6 Standardlösungen für die AAS, hergestellt durch Verdünnen der Stammlösungen (8.3.5).

8.3.7 Acetylen, reinst, in einer Druckgasflasche.

8.3.8 Distickstoffmonoxid (Lachgas), reinst, in einer Druckflasche.

8.3.9 Druckluft.

ANMERKUNG Stammlösungen für die AAS sind für Al, Zn und Mn im Handel erhältlich. Eine Herstellung ist auch durch das Auflösen von reinen Metallen oder Oxiden in Säure möglich.