

Schleifmittelkörnungen und Rohstoffe
Chemische Analyse von Elektrokorund
(ISO 9285 : 1997)

DIN
ISO 9285

ICS 25.100.70

Deskriptoren: Schleifmittel, chemische Analyse, Elektrokorund, Körnung

Abrasive grains and crude –
Chemical analysis of fused aluminium oxide –
(ISO 9285 : 1997)

Abrasifs en grains et en roche –
Analyse chimique de l'oxyde d'aluminium électrofondu –
(ISO 9285 : 1997)

Die Internationale Norm ISO 9285 : 1997 "Abrasive grains and crude – Chemical analysis of fused aluminium oxide" ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 9285 : 1997 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 29/SC 5, "Grinding wheels and abrasives", unter Beteiligung deutscher Fachleute erarbeitet. Die für die Erarbeitung zuständige Arbeitsgruppe 7 von ISO/TC 29/SC 5 entwickelt Normen für Körnungen aus Elektrokorund und Siliciumcarbid für Schleifkörper aus gebundenem Schleifmittel, Schleifmittel auf Unterlagen und zum Spanen mit losem Korn. Hierzu gehören Normen zur Bezeichnung, Korngrößenverteilung, Probenahme, Analyse, Prüfung oder der Bestimmung physikalischer Eigenschaften.

Die in ISO 9285 niedergeschriebenen Arbeitsergebnisse enthalten die für die chemische Analyse von Elektrokorund genormten Reagenzien, Geräte, Verfahren, Prüfbedingungen und Auswertungen der Ergebnisse.

Fortsetzung Seite 2 bis 22

Normenausschuß Werkzeuge und Spannzeuge (FWS) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Deutsche Übersetzung

Schleifmittelkörnungen und Rohstoffe Chemische Analyse von Elektrokorund

Inhalt

	Seite
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Reagenzien	3
4 Gerät	5
5 Verfahren	5
6 Zunahme oder Verlust beim Glühen	6
7 Bestimmung von Siliciumdioxid	6
8 Trennung von Eisen, Titan, Magnesium und Calcium von Aluminium	10
9 Bestimmung von Eisen(III)-oxid	10
10 Kolorimetrische Bestimmung von Titandioxid	12
11 Gravimetrische Bestimmung von Calciumoxid	13
12 Gravimetrische Bestimmung von Magnesiumoxid	14
13 Gravimetrische Bestimmung von Zirkoniumoxid	15
14 Aluminiumoxid	17
15 Analyse durch Atomabsorptionsspektrometrie	17
16 Prüfbericht	21
Anhang A Weitere Analyseverfahren	22

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten Internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedskörperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitgliedskörperschaften.

Die Internationale Norm ISO 9285 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 29 "Kleinwerkzeuge", Subkomitee SC 5 "Schleifscheiben und Schleifmittel" erarbeitet.

Anhang A dieser Internationalen Norm dient nur zur Information.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt die chemische Analyse von Schleifmittelkörnungen und Rohstoffen aus Elektrokorund fest. Sie gilt für im Handel erhältliche Erzeugnisse, jedoch nicht zwangsläufig für Produkte, die bei ihrer Verwendung verändert wurden. Die Norm enthält folgende chemische Bestimmungen:

- Glühverlust
- Siliciumdioxid
- Eisenoxid
- Titandioxid
- Calciumoxid
- Magnesiumoxid
- Zirkoniumoxid
- Aluminiumoxid
- Analyse durch Atomabsorptionsspektrometrie

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Festlegungen, die durch die Verweisung in diesem Text auch für diese Internationale Norm gelten. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, sind gehalten, nach Möglichkeit die neuesten Ausgaben der nachfolgend aufgeführten Normen anzuwenden. IEC- und ISO-Mitglieder verfügen über Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 6353-1 : 1982

Reagents for chemical analysis – Part 1: General test methods

ISO 6353-2 : 1983

Reagents for chemical analysis – Part 2: Specifications – First series

ISO 6353-2/Add. 2 : 1986

Addendum 2 to ISO 6353-2 : 1983

ISO 6353-3 : 1987

Reagents for chemical analysis – Part 3: Specifications – Second series

ISO 9138 : 1993

Abrasives grains – Sampling and splitting

3 Reagenzien

3.1 Allgemeines

Falls nichts anderes angegeben ist, müssen alle Reagenzien den in den Normen ISO 6353-1, ISO 6363-2 und ISO 6353-3 vorgegebenen Festlegungen entsprechen. Chemikalien mit anderen Reinheitsgraden dürfen verwendet werden, sofern zuvor sichergestellt ist, daß das Reagens von ausreichender Reinheit ist, so daß seine Verwendung die Genauigkeit der Bestimmung nicht beeinträchtigt. Sofern nichts anderes angegeben ist, ist unter der Angabe "Wasser" destilliertes Wasser zu verstehen.

Die Abschnitte 3.2 bis 3.21 enthalten die Reagenzien, die bei zwei oder mehr Analyseverfahren gleich sind. Weitere Reagenzien sind jeweils in den Abschnitten, die die entsprechenden Verfahren behandeln, angegeben.

3.2 Konzentrierte Säuren und Ammoniumhydroxid

Es werden konzentrierte Säuren und Ammoniumhydroxid mit etwa den folgenden Dichten ρ in Gramm je Milliliter oder Konzentrationen als Massenanteil in % benötigt:

Chlorwasserstoffsäure (HCl):	$\rho = 1,18 \text{ g/ml}$
Salpetersäure (HNO ₃):	$\rho = 1,42 \text{ g/ml}$
Schwefelsäure (H ₂ SO ₄):	$\rho = 1,84 \text{ g/ml}$
Fluorwasserstoffsäure (HF):	40 % (Massenanteile)
Phosphorsäure (H ₃ PO ₄):	85 % (Massenanteile)
Ammoniumhydroxid (NH ₄ OH)	$\rho = 0,90 \text{ g/ml}$

3.3 Verdünnte Säuren und Ammoniumhydroxid

Die angegebenen verdünnten Säuren und Ammoniumhydroxid weisen unterschiedliche Konzentrationen auf. Sie ergeben sich durch das Mischen von konzentriertem Reagens und Wasser in vorgegebenen Mengenverhältnissen. Die verdünnten Schwefelsäuremischungen erhält man, indem langsam und unter stetigem Rühren die Säure in das Wasser gegeben wird. Diese Verdünnungen werden bei den jeweiligen Versuchsdurchführungen mit (1+5), (1+8) usw. bezeichnet, ausgenommen sind die sehr verdünnten Lösungen, bei denen das zugefügte Reagens in Prozent angegeben wird. Die Angaben in Klammern zeigen die Menge Reagens an, die der Menge Wasser hinzugefügt wurde; z. B. H₂SO₄ (1+9) enthält 10 % (Volumenanteile) H₂SO₄ ($\rho = 1,84 \text{ g/ml}$).

3.4 Ammoniumacetat, 300 g/l Lösung

300 g NH₄C₂H₃O₂ in Wasser auflösen. Bis zur 1-Liter-Markierung mit Wasser auffüllen.

3.5 Ammoniumchlorid (NH₄Cl)

3.6 Ammoniumoxalat [(NH₄)₂C₂O₄], gesättigte Lösung

3.7 Diammoniumhydrophosphat, 100 g/l Lösung

10 g (NH₄)₂HPO₄ in 100 ml Wasser auflösen.

3.8 Bariumdiphenylaminsulfonat, 2 g/l Lösung

0,5 g des Salzes in 250 ml H₂SO₄ auflösen.

3.9 Wasserstoffperoxid, 30 g/l Lösung

3.10 Schwefelwasserstoff-Gas (H₂S)

3.11 Hydroxylaminhydrochlorid oder Hydroxylammoniumchlorid, 100 g/l Lösung

50 g ClNH₂OH in 500 ml Wasser auflösen. Gegebenenfalls filtrieren.

3.12 Quecksilberchlorid (HgCl₂), gesättigte Lösung

3.13 Methylrot-Indikator, 1 g/l Lösung

0,1 g Methylrot in 100 ml Methanol auflösen.

3.14 Orthophenanthrolin (1,10-Phenanthrolin), 1 g/l Lösung

1 g Orthophenanthrolin-Monohydrat in 15 ml Ethanol (95 %) auflösen. Mit Wasser auf 1 Liter verdünnen.

3.15 Kaliumdichromat ($K_2Cr_2O_7$), 0,01 mol/l Lösung

2,9424 g $K_2Cr_2O_7$ in Wasser auflösen. Die Lösung bis zur 1 Liter Markierung eines Meßkolbens auffüllen. Die Lösung anhand einer Probe mit bestätigtem Eisengehalt titrieren.

3.16 Kaliumpermanganat ($KMnO_4$), Titrierlösung, $c(1/5 KMnO_4) = 0,01 \text{ mol/l}$

1,5800 g $KMnO_4$ in 500 ml Wasser auflösen. 1 bis 2 Tage stehenlassen. Durch eine Asbestplatte filtern und mit Wasser bis zur 1 Liter Markierung eines Meßkolbens auffüllen. Die Lösung mit Natriumoxalat titrieren.

3.17 Kaliumpermanganat ($KMnO_4$), 50 g/l Lösung

5 g $KMnO_4$ in 100 ml Wasser auflösen.

3.18 Kaliumdisulfat ($K_2S_2O_7$)

3.19 Wasserfreies Natriumkarbonat (Na_2CO_3)

3.20 Natriumtetraborat ($Na_2B_4O_7$)

3.21 Zinn(II)-chlorid ($SnCl_2$), 50 g/l Lösung

50 g $SnCl_2$ in 100 ml HCl auflösen. Mit Wasser bis zur 1 Liter Markierung eines Meßkolbens auffüllen. Metallisches Zinn zufügen und die Lösung in der Flasche aufbewahren.

4 Gerät

4.1 Kleiner Backenbrecher oder Walzenbrecher aus gehärtetem Stahl

4.2 Mörser aus Werkzeugstahl

In Fällen, in denen es besonders wichtig ist, eine Verunreinigung durch Eisen auszuschließen, sollte das Zerkleinern in einem Mörser aus Wolframkarbid vorgenommen werden.

4.3 Sieb mit 150 µm Maschenweite

4.4 Sieb mit 2 mm Maschenweite

4.5 Platin-Tiegel, kalibriert, 30 ml mit Deckel

5 Verfahren

5.1 Vorbereitung der Proben für die Analyse

5.1.1 Rohstoff

Die nach einem anerkannten Probenahmeverfahren sorgfältig entnommene Probe in einem kleinen Backenbrecher oder Walzenbrecher aus gehärtetem Stahl soweit zerkleinern, bis sie ein Sieb mit einer Maschenweite von 2 mm passieren kann. Die Probe dann mischen und weiter zerteilen bis man etwa 500 g erhält. Die 500 g-Probe erneut mischen und zerteilen, bis man eine Probe von etwa 10 g bis 20 g erhält. Diese 20 g Probe in einem Mörser aus

Werkzeugstahl so lange pulverisieren, bis sie, falls nichts anderes festgelegt wurde, ein Sieb mit einer Maschenweite von 150 µm vollständig passiert. Die Probe dann gründlich mischen und in einen Behälter geben, in dem sie vor jeglicher Verunreinigung geschützt ist.

Durch geeignete Maßnahmen muß verhindert werden, daß die Probe durch Stahlpartikel von den Geräten für die Probenahme und Zerkleinerung verunreinigt wird. Um eine solche Verunreinigung durch Eisen auszuschließen, ist eine Magnetscheidung vorzunehmen.

5.1.2 Schleifkorn

Die nach einem anerkannten Verfahren sorgfältig entnommene Probe gründlich mischen und vierteln bis auf 10 g bis 20 g. Sie wird dann solange zerkleinert, bis sie, falls nichts anderes festgelegt wurde, ein Sieb mit einer Maschenweite von 150 µm vollständig passiert. Die Probe dann gründlich mischen und in einen Behälter geben, in dem sie vor jeglicher Verunreinigung geschützt ist (siehe ISO 9138).

5.2 Blindversuch

Für jede Bestimmung sind Blindversuche mit den Reagenzien durchzuführen. Dadurch können in jedem Fall die erforderlichen Korrekturen durchgeführt werden.

6 Zunahme oder Verlust beim Glühen

6.1 Durchführung

Eine Probe von 1 g auf 0,000 1 g auswiegen und in einen geeichten Platintiegel geben, der zuvor bei 1 100 °C gegläht wurde. Das Gewicht der Probe und des Tiegels aufzeichnen. Tiegel plus Probe bei 1 100 °C glühen, bis ein konstantes Gewicht erreicht ist. Den Tiegel in einem Exsikkator abkühlen, Tiegel und Probe wiegen.

6.2 Auswertung der Ergebnisse

Der Glühverlust, angegeben als Massenanteil in %, wird durch die Formel

$$\frac{(m_1 - m_2)}{m_0} \times 100$$

bestimmt.

Dabei ist:

m_1 Gewicht des Tiegels mit der Probe vor dem Glühen, in g;

m_2 Gewicht des Tiegels mit der Probe nach dem Glühen, in g;

m_0 Gewicht der Probe, in g.

ANMERKUNG: Wenn das Gewicht der Probe zunimmt, wird es als Zunahme verzeichnet und folgende Formel angewendet:

$$\frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100$$

7 Bestimmung von Siliciumdioxid

7.1 Gravimetrisches Verfahren

7.1.1 Gerät

7.1.1.1 Platintiegel mit Deckel

7.1.1.2 Becherglas, 400 ml

7.1.1.3 Filtrierpapier, mittlere Stärke

7.1.1.4 Exsikkator

7.1.2 Durchführung

Eine Probe von 1 g auf 0,000 1g auswiegen und in einen Platintiegel mit 3 g Na_2CO_3 und 3 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ geben. Probe und Aufschlußmittel gründlich mischen. Tiegel mit einem Platindeckel abdecken und die Mischung bei 1 000 °C schmelzen, bis sich die gesamte Probe aufgelöst hat. Den Tiegel während des Abkühlens drehen, um die Schmelze in einer dünnen Schicht an den Seitenwänden des Tiegels erstarren zu lassen. Tiegel und Deckel in ein 400 ml-Becherglas geben.

Das Schmelzprodukt in 100 ml H_2SO_4 (1+4) auflösen. Nach der vollständigen Auflösung werden Tiegel und Deckel gründlich gespült, wobei die Spüllösung in das Becherglas gegeben wird.

Die Lösung eindampfen, bis SO_3 -Dämpfe entstehen und zum Abkühlen stehenlassen. 100 ml Wasser zugeben und aufkochen, bis die Salze aufgelöst sind. Das Ganze durch ein aschefreies Filtrierpapier mittlerer Stärke filtrieren. Filter und Niederschlag mit heißer H_2SO_4 (2+98) waschen. Das Filtrat wird für die Bestimmungen von Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO und MgO aufbewahrt. Das Filterpapier in einen Platintiegel geben und bei 1 000 °C glühen, bis ein konstantes Gewicht erreicht ist. Den Tiegel in einem Exsikkator abkühlen lassen und wiegen.

Den Rückstand im Tiegel mit 1 bis 2 Tropfen Wasser anfeuchten, 10 ml HF-Säure sowie 2 oder 3 Tropfen H_2SO_4 (1+1) zugeben. Langsam bis zur Trocknung eindampfen, dann bei 1 000 °C bis zum konstanten Gewicht glühen. Tiegel in einem Exsikkator abkühlen und den Gewichtsverlust infolge der HF-, H_2SO_4 -Behandlung bestimmen.

7.1.3 Auswertung der Ergebnisse

Der Siliciumdioxidgehalt, angegeben als Massenanteil in %, wird durch die Gleichung

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

bestimmt.

Dabei ist:

m_1 Gewichtsverlust durch die HF-, H_2SO_4 -Behandlung, in g;

m_0 Gewicht der Probe, in g.

7.2 Kolorimetrisches Verfahren

7.2.1 Reagenzien

7.2.1.1 Molybdänsäure-Lösung

100 g Ammoniummolybdat [82% (Massenanteile) MoO_3] in etwa 600 ml Wasser auflösen. 70 ml H_2SO_4 ($\rho = 1,84$ g/ml) zufügen. Die Lösung filtrieren. Mit Wasser in einem Meßkolben auf 1 l verdünnen.

7.2.1.2 Reduktionslösung

25 g Natriumhydrogensulfit (NaHSO_3) in 25 ml Wasser auflösen. 2 g Natriumsulfit (Na_2SO_3) und 0,4 g 1-Amino-2-Naphthol-4-Sulfonsäure in 25 ml Wasser auflösen.