

Prüfung von Rohstoffen zur Glasherstellung
Chemische Analyse von Kalkstein
 mit mindestens 95 % Calciumcarbonat
 Bestimmung von Titan(IV)-oxid

DIN
52 240
 Teil 6

ICS 81.040.10

Testing of raw materials for the production of glass; Chemical analysis of limestone with a minimum content of 95% calcium carbonate; Determination of titanium(IV)oxide

Ersatz für Ausgabe 09.85

Essai des matières premières pour la production du verre; Analyse chimique de calcaire avec une teneur minimale de 95% en carbonate de calcium; Dosage de l'oxyde du titane(IV)

1 Anwendungsbereich

Diese Norm dient zur Bestimmung des Gehaltes an Titan(IV)-oxid in Kalkstein mit mindestens 95 % Calciumcarbonat.

— Thioglycolsäure (1 + 4): 25 ml Thioglycolsäure, ≈ 800 g/l, werden in einem 100-ml-Meßkolben mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

— Titan(IV)-oxid-Standardlösung:

1,000 g Titan(IV)-oxid und 15 g Ammoniumsulfat werden in einen 250-ml-Becher übergeführt, mit 40 ml Schwefelsäure, ≈ 20 mol/l, versetzt und unter Erhitzen gelöst. Nach dem Abkühlen wird die Lösung in einen 1000-ml-Meßkolben übergeführt, in den vorher etwa 100 ml Wasser vorgelegt wurden. Dann wird mit Wasser der Kolben nachgespült, unter Umschütteln werden noch 20 ml Schwefelsäure, ≈ 20 mol/l, zugegeben und bis zur Marke aufgefüllt.

1,0 ml dieser Lösung enthält 1,00 mg TiO_2 .

— Titan(IV)-oxid-Stammlösung:

10,0 ml der Titan(IV)-oxid-Standardlösung werden in einen 1000-ml-Meßkolben gegeben, mit 20 ml Schwefelsäure, ≈ 20 mol/l, versetzt und mit Wasser zur Marke aufgefüllt.

1,0 ml dieser Lösung enthält 0,010 mg TiO_2 .

Es können auch handelsübliche Standardlösungen verwendet werden.

2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

In einem aliquoten Teil der Probenlösung V_A nach DIN 52 240 Teil 2 wird das Titan mit *di*-Natrium-4,5-dihydroxybenzol-1,3-disulfonat (Tiron) als Komplex bei pH-Wert 4,0 photometrisch bei einer Wellenlänge von 400 nm bestimmt.

3 Geräte

Es gelten die Festlegungen nach DIN 52 240 Teil 1.

Übliches Laborgerät sowie zusätzlich:

- Photometer, geeignet zum Messen bei einer Wellenlänge von 400 nm mit abgeglichenem Küvettenpaar.

4 Reagenzien

Es gelten die Festlegungen nach DIN 52 240 Teil 1.

- Ammoniumsulfat $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
- Essigsäure CH_3COOH 96% $\rho = 1,06$ g/ml
- Natriumacetat CH_3COONa
- Mercaptoessigsäure (Thioglykolsäure) $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{S}$
- *di*-Natrium-4,5-dihydroxybenzol-1,3-disulfonat $\text{C}_6\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (Tiron)
- Schwefelsäure H_2SO_4 $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) \approx 20$ mol/l (1 + 1)
- Titan(IV)-oxid TiO_2 , 99,8%
- Pufferlösung pH 4,0: 136 g Natriumacetat werden in einem 1000-ml-Meßkolben in 400 ml Wasser gelöst, mit 390 ml Essigsäure 96% versetzt und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt.
- Tironlösung: 12,5 g Tiron werden mit Wasser zu 250 ml gelöst. Die Lösung ist frisch anzusetzen und bereits bei einer beginnenden Gelbfärbung zu werfen.

5 Durchführung

5.1 Erstellen der Bezugskurve

Abgestufte Volumina der Titan(IV)-oxid-Stammlösung mit Massenkonzentrationen von 0,010 mg bis 0,150 mg TiO_2 werden in 50-ml-Meßkolben gegeben und mit Wasser auf etwa 15 ml verdünnt. Nacheinander werden jeweils unter Umschütteln 25 ml Pufferlösung pH 4,0, 5 ml Tironlösung, 2 ml Thioglykolsäure (1 + 4) hinzugegeben und dann die Kolben mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

Nach genau 1 h werden die Extinktionen der abgestuften Bezugslösungen gegen eine Blindwertlösung, die die entsprechenden Volumina der zur Herstellung der Bezugslösungen verwendeten Reagenzien enthält, bei einer Wellenlänge von 400 nm im abgeglichenen Küvettenpaar photometrisch bestimmt.

Durch Auftragen der gemessenen Extinktionswerte gegen die zugehörigen TiO_2 -Konzentrationen in einem Koordinatensystem wird die Bezugskurve erstellt.

Fortsetzung Seite 2

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
 Arbeitsausschuß Glas (AGlas) im DIN