

	<p style="text-align: center;">Prüfung von Glas</p> <p style="text-align: center;">Chemische Analyse von ungefärbten Kalk-Natron-Gläsern mit den Hauptbestandteilen SiO_2, CaO, MgO und Na_2O</p> <p style="text-align: center;">Bestimmung von SiO_2</p>	<p>DIN</p> <p>52 340</p> <p>Blatt 2</p>
	<p>Testing of glass; chemical analysis of colourless soda-lime-glass with SiO_2, CaO, MgO and Na_2O as main constituents; determination of SiO_2</p> <p>Essai du verre; analyse chimique des verres incolores à base de soude et de chaux constitués principalement de SiO_2, CaO, MgO et Na_2O; dosage de SiO_2</p> <p>Allgemeine Angaben (Zweck und Anwendungsbereich, Begriff, Probenahme, Analysenverfahren, Grundlagen des Analysenganges und der Einzelbestimmungen, allgemeine Angaben zu Geräten, Reagenzien, Durchführung und Auswertung), Prüfbericht und Erläuterungen siehe DIN 52 340 Blatt 1.</p> <p>Die Angabe % bedeutet in dieser Norm Gewichts(Masse)-Prozent.</p>	

1. Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die zu untersuchende Probe wird zunächst durch Schmelzen mit Natriumcarbonat bei etwa 1000 °C aufgeschlossen, der Schmelzkuchen mit Wasser und Salpetersäure zersetzt. Das Reaktionsgemisch wird zur Trockne eingedampft. Nach Erhitzen im Wärmeschrank wird der Rückstand mit verdünnter Salpetersäure aufgenommen und filtriert. Der Filtrückstand, der die Hauptmenge des Silicium(IV)-oxides SiO_2 enthält, wird bei (1150 ± 25) °C 1 Stunde lang geglüht und nach dem Abkühlen gravimetrisch als SiO_2 bestimmt. Im Filtrat wird die Restkieselsäure als reduzierter Molybdatkomplex (Molybdänblau) photometrisch bestimmt (Meßwellenlänge 925 nm).

2. Geräte

Waage, auf 0,0001 g ablesbar, mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,0002$ g

Platinschale mit Platindeckel und mit einem Gesamtvolumen von etwa 130 ml

Uhrglas, passend zum Bedecken der Platinschale

elektrisch beheizbarer Muffelofen, auf (1150 ± 25) °C regelbar

Wasserbad oder anderes gleichwertiges Heizgerät

Wärmeschrank nach DIN 50 011 Blatt 1, auf (115 ± 2) °C regelbar

Filtrierpapier, dicht, zur quantitativen Analyse, z. B. Filtrierpapier 2 c DIN 53 135

Meßkolben 100 ml, 250 ml und 1 l, z. B. nach DIN 12 664

Platintiegel mit einem Gesamtvolumen von etwa 30 ml

Exsikkator nach DIN 12 491 mit Phosphor(V)-oxid oder wasserfreiem Magnesiumperchlorat als Trocknungsmittel

Vollpipetten mit Nenninhalten von 10 und 20 ml nach DIN 12 690

Mikrobürette 10 ml, Skalenwert 0,02 ml

Bürette 25 ml, Skalenwert 0,05 ml

Meßzylinder 250 ml, nach DIN 12 680

Meßzylinder 25 ml, aus Kunststoff

Meßpipette 25 ml nach DIN 12 697 (z. Z. noch Entwurf)

Becher 250 ml, aus Kunststoff

Spektral- oder Filterphotometer, geeignet zum Messen bei 925 nm, mit abgeglichenen Küvettenansätzen

3. Reagenzien

Quarzsand von höchster Reinheit

Natriumcarbonat Na_2CO_3

Borsäure (reinst) H_3BO_3

Natriumhydroxid NaOH

2,4-Dinitrophenol $\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_5$

Ammoniumheptamolybdat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

Weinsäure $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$

Natriumsulfit Na_2SO_3

1-Amino-2-naphthol-4-sulfonsäure $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$

Natriumdisulfit $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$

0,5 N Salpetersäure

Schwefelsäure (1 + 2)

2 N Natriumhydroxidlösung

Borsäurelösung, 50 g H_3BO_3 /Liter

2,4-Dinitrophenol, gesättigte wäßrige Lösung

Ammoniummolybdatlösung, 60 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ /Liter

Weinsäurelösung, 80 g $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ /Liter

Reduktionslösung: 0,7 g Natriumsulfit Na_2SO_3 werden in 20 ml Wasser gelöst. Dazu werden 0,15 g 1-Amino-2-naphthol-4-sulfonsäure und danach eine Lösung von 9 g Natriumdisulfit $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ in 180 ml Wasser gegeben. Die gut durchmischte Lösung ist vor Lichteinwirkung zu schützen.

Silicium(IV)-oxid-Stammlösung: Eine Einwaage von reinstem Quarzsand, die genau 1,000 g SiO_2 enthält, wird mit der fünffachen Menge Natriumcarbonat sinngemäß nach Abschnitt 4.1 aufgeschlossen, die Schmelze quantitativ in Wasser gelöst und die Lösung im Meßkolben zu 1 Liter aufgefüllt.

Silicium(IV)-oxid-Standardlösung: 10,0 ml der frisch bereiteten SiO_2 -Stammlösung werden im Meßkolben zu 1 Liter verdünnt und sofort in eine Kunststoff-Flasche umgefüllt. Die SiO_2 -Standardlösung enthält 0,01 mg SiO_2 je ml.

Fortsetzung Seite 2

Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im Deutschen Normenausschuß (DNA)
Arbeitsausschuß Glas im DNA