

Pigmente
Eisenoxid-Pigmente
Analysen-Verfahren

DIN
55 913
Blatt 2

Pigments; iron oxide pigments; methods for analysis

Ersatz für DIN 55 913

Pigments; pigments à base d'oxydes de fer; méthodes d'analyse

In dieser Norm bedeutet % bei Angabe von Gehalten und von Konzentrationen von Lösungen Gewichtsprozent. Falls nichts anderes angegeben wird, gilt für Reagenzien der Reinheitsgrad „zur Analyse“ und als Bezugstemperatur für die Dichte von Flüssigkeiten 20 °C. Reagenzlösungen ohne Angabe des Lösungsmittels sind Lösungen in destilliertem Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit. Bei analytischen Arbeitsgängen bedeutet Wasser destilliertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit.

Inhalt

	Seite		Seite
1. Zweck und Anwendung	1	2.6. Bestimmung des Calcium-Gehaltes (als CaO)	4
2. Analysen-Verfahren	1	2.7. Bestimmung des Sulfat-Gehaltes (als SO₃) ..	4
2.1. Probenahme	1	2.8. Bestimmung der bei 105 °C flüchtigen Bestandteile	5
2.2. Anzahl der Analysen	1	2.9. Bestimmung des Glühverlustes	5
2.3. Bestimmung der Gehalte an Unlöslichem in Salzsäure, an Kieselsäure und an Barium- sulfat	1	2.10. Bestimmung des Gehaltes an wasserlöslichen Anteilen	5
2.4. Bestimmung des Gesamt-Eisen-Gehaltes (als Fe ₂ O ₃)	2	2.11. Bestimmung des CO₂-Gehaltes	5
2.5. Bestimmung des Aluminium-Gehaltes (als Al ₂ O ₃)	2	2.12. Bestimmung des Gesamt-Chlor- Gehaltes (Cl)	5
2.5.1. Bestimmung durch Fällung als Hydroxid ..	2	2.13. Bestimmung des Mangan-Gehaltes (Mn) ..	5
2.5.2. Bestimmung durch Fällung als 8-Hydroxychinolinat	3	2.14. Bestimmung des Kupfer-Gehaltes (Cu)	6
2.5.3. Photometrische Bestimmung mit Aluminon (Triammoniumsalz der Aurintricarbonsäure (NH ₄) ₃ C ₂₁ H ₁₁ O ₉)	3	2.15. Bestimmung des FeO-Gehaltes	6
		3. Prüfbericht	6

1. Zweck und Anwendung

Diese Norm dient dazu, bei natürlichen und synthetischen Eisenoxid-Pigmenten die Analysen-Verfahren zur Bestimmung des Eisenoxid-Gehaltes und der hauptsächlich vorkommenden kationischen und anionischen Bestandteile festzulegen. Sie ist ebenfalls anwendbar auf Gemische und Verschnitte.

2. Analysen-Verfahren

2.1. Probenahme

Für die Analysen ist nach DIN 53 205 eine Durchschnittsprobe von etwa 100 g zu entnehmen.

2.2. Anzahl der Analysen

Die Analysen nach Abschnitt 2.3 bis 2.15 sind mindestens zweimal durchzuführen.

2.3. Bestimmung

**der Gehalte an Unlöslichem in Salzsäure,
an Kieselsäure und an Bariumsulfat**

2.3.1. Reagenzien

Salzsäure, 37%ig (Dichte 1,19 g/cm³)

Salzsäure 1 : 1

(1 Vol.-Teil Salzsäure, 37%ig (Dichte 1,19 g/cm³) und 1 Vol.-Teil Wasser)

Salzsäure, 1%ig

Salpetersäure, 65%ig (Dichte 1,4 g/cm³)

Schwefelsäure 1 : 4

(1 Vol.-Teil Schwefelsäure, 98%ig (Dichte 1,84 g/cm³) und 4 Vol.-Teile Wasser)

Flußsäure, 40%ig

Natriumcarbonat

Fortsetzung Seite 2 bis 6

Fachnormenausschuß Pigmente und Füllstoffe im Deutschen Normenausschuß (DNA)
Fachnormenausschuß Materialprüfung im DNA

2.3.2. Lösen der Probe¹⁾

2 g der Probe (Einwaage E)²⁾ werden auf 0,001 g gewogen und in 50 cm³ konzentrierter Salzsäure unter Zusatz von 2 cm³ konzentrierter Salpetersäure gelöst. Die Lösung wird vorsichtig auf dem Dampfbad zur Trockne eingedampft und der Rückstand 1 Stunde lang im Wärmeschrank bei 135 °C getrocknet. Nach dem Erkalten wird mit 20 cm³ konzentrierter Salzsäure aufgenommen, nochmals zur Trockne eingedampft und im Wärmeschrank getrocknet. Dann wird wieder mit 50 cm³ Salzsäure 1 : 1 aufgenommen und nach Zugabe von 50 cm³ heißer 1%iger Salzsäure in einen 250-cm³-Meßkolben filtriert. Der Rückstand wird mit 125 bis 135 cm³ heißer 1%iger Salzsäure ausgewaschen. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird auf 250 cm³ aufgefüllt.

Anmerkung: Das sorgfältige Einhalten dieser Arbeitsweise ist wegen des vorhandenen Calciumsulfates unerlässlich; weiterhin ist die so erhaltene Salzsäure-Konzentration für die Bestimmung des Gesamt-Eisen-Gehaltes nach Abschnitt 2.4 erforderlich.

2.3.3. Unlösliches in Salzsäure

Das Filter mit dem Rückstand nach Abschnitt 2.3.2 wird im Platintiegel verascht und der Rückstand bei 1000 °C bis zur annähernden Gewichtskonstanz geglüht. Nach Abkühlen im Exsikkator auf Raumtemperatur wird der Rückstand gewogen (Auswaage A_1).

Der Gehalt an Unlöslichem in Salzsäure in % ist:

$$\text{Unlösliches in Salzsäure} = \frac{A_1}{E} \cdot 100$$

Hierin bedeuten:

A_1 Auswaage in g
 E Einwaage in g

2.3.4. Kieselsäure (als SiO₂)

Falls der Gehalt an Kieselsäure bestimmt werden soll, wird der Rückstand nach Abschnitt 2.3.3 (Auswaage A_1) zweimal mit 0,5 cm³ Schwefelsäure 1 : 4 und 5 cm³ Flußsäure abgeraucht, abermals bei 1000 °C geglüht und gewogen (Auswaage A_2).

Der Gehalt an SiO₂ in % ist:

$$\text{Gehalt an SiO}_2 = \frac{A_1 - A_2}{E} \cdot 100$$

Hierin bedeuten:

A_1 Auswaage in g nach Abschnitt 2.3.3
 A_2 Auswaage in g nach Abschnitt 2.3.4
 E Einwaage in g nach Abschnitt 2.3.2

2.3.5. Bariumsulfat (BaSO₄)³⁾

Bariumsulfat und salzsäureunlösliches Aluminiumoxid liegen — sofern vorhanden — in dem Rückstand nach der Flußsäurebehandlung (Auswaage A_2 nach Abschnitt 2.3.4) vor. Ist dieser Rückstand hinreichend groß, so wird er mit der sechsfachen Menge Natriumcarbonat geschmolzen. Nach dem Abkühlen wird die Schmelze mit heißem Wasser behandelt und die Lösung filtriert. Der Rückstand wird heiß ausgewaschen, bis das Waschwasser sulfatfrei ist (Filtrat I). Dann wird der Rückstand mit heißer Salzsäure 1 : 1 vom Filter gelöst und das Filter gründlich mit Wasser ausgewaschen (Filtrat II). Das im Filtrat II enthaltene Barium wird in der üblichen Weise mit verdünnter Schwefelsäure gefällt und als BaSO₄ gewogen (Auswaage A_3).

Der Gehalt an BaSO₄ in % ist:

$$\text{Gehalt an BaSO}_4 = \frac{A_3}{E} \cdot 100$$

Hierin bedeuten:

A_3 Auswaage in g nach Abschnitt 2.3.5
 E Einwaage in g nach Abschnitt 2.3.2

2.3.6. Salzsäureunlösliches Aluminiumoxid³⁾

Ist im salzsäureunlöslichen Anteil (siehe Abschnitt 2.3.3) außerdem Aluminiumoxid vorhanden, so wird das Filtrat I nach Abschnitt 2.3.5 mit Salzsäure schwach angesäuert und dem Hauptfiltrat nach Abschnitt 2.3.2 in dem 250-cm³-Meßkolben vor dem Auffüllen zugefügt. Der Gehalt an Aluminiumoxid wird dann gemeinsam mit dem salzsäurelöslichen Anteil nach Abschnitt 2.5 bestimmt.

2.4. Bestimmung des Gesamt-Eisen-Gehaltes (als Fe₂O₃)**2.4.1. Reagenzien**

Salzsäure 37%ig (Dichte 1,19 g/cm³)

Zinn(II)-chlorid-Lösung

(60 g kristallines Zinn(II)-chlorid, SnCl₂ · 2H₂O und 500 cm³ Salzsäure, 37%ig (Dichte 1,19 g/cm³) mit Wasser auf 1000 cm³ aufgefüllt)

Quecksilber(II)-chlorid-Lösung, gesättigt

Phosphorsäure-Schwefelsäure-Gemisch

(310 cm³ Schwefelsäure, 98%ig (Dichte 1,84 g/cm³); 250 cm³ Phosphorsäure, 85%ig (Dichte 1,7 g/cm³) und 440 cm³ Wasser)

0,1 N Kaliumdichromat-Lösung

Indikator-Lösung

(0,4%ige wäßrige Lösung von Bariumdiphenylaminsulfonat, filtriert)

2.4.2. Durchführung

25 cm³ des Filtrates nach Abschnitt 2.3.2 werden mit 5 cm³ Wasser und 20 cm³ konzentrierter Salzsäure versetzt. Nach Aufkochen wird tropfenweise bis zur Entfärbung Zinn(II)-chlorid-Lösung zugegeben, dabei wird die Lösung dauernd heiß gehalten. Nach Entfärbung werden noch 3 bis 5 Tropfen Zinn(II)-chlorid-Lösung zugegeben. Dann wird schnell, ohne zu schütteln, auf Raumtemperatur abgekühlt, mit 200 cm³ ausgekochtem Wasser und 15 cm³ Quecksilber(II)-chlorid-Lösung versetzt und durchgemischt, wobei unnötiges Einschütteln von Luft vermieden werden muß. Nach Abspülen der Wände des Gefäßes mit ausgekochtem Wasser werden sofort 40 cm³ Phosphorsäure-Schwefelsäure-Gemisch und 0,2 bis 0,4 cm³ Indikator-Lösung zugegeben. Unmittelbar anschließend wird schnell, zum Schluß tropfenweise, mit 0,1 N Kaliumdichromat-Lösung bis zum Umschlag titriert. Für je 0,1 cm³ der zugesetzten Indikator-Lösung werden 0,01 cm³ vom Verbrauch an 0,1 N Kaliumdichromat-Lösung abgezogen (Verbrauch a).

Der Gehalt an Fe₂O₃ in % ist:

$$\text{Gehalt an Fe}_2\text{O}_3 = \frac{0,007985 \cdot a \cdot 10}{E} \cdot 100 = \frac{7,985 \cdot a}{E}$$

Hierin bedeuten:

a korrigierter Verbrauch in cm³ an 0,1 N Kaliumdichromat-Lösung

E Einwaage in g nach Abschnitt 2.3.2

2.5. Bestimmung des Aluminium-Gehaltes (als Al₂O₃)**2.5.1. Bestimmung durch Fällung als Hydroxid****2.5.1.1. Anwendung**

Das nachfolgend angegebene indirekte Verfahren ist in den Fällen anwendbar, in denen keine allzu hohen Genauigkeitsanforderungen gestellt werden.

2.5.1.2. Reagenzien

Ammoniak-Lösung 1 : 1

(1 Vol.-Teil Ammoniak-Lösung 35%ig (Dichte 0,88 g/cm³) und 1 Vol.-Teil Wasser)

Salzsäure 1 : 1

(1 Vol.-Teil Salzsäure 37%ig (Dichte 1,19 g/cm³) und 1 Vol.-Teil Wasser)

Bromwasser, gesättigt

¹⁾, ²⁾ und ³⁾ siehe Seite 3