



Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe

BESTIMMUNG DES ALUMINIUMOXIDES

gravimetrisch

TGL
13584
 Blatt 1

Gruppe 258/510

Испытание
 керамического сырья и материа-
 лов
 Определение окиси алюминия
 гравиметрическим способом

Testing of ceramic
 raw materials and materials
 Determination of alumina
 gravimetric

Verbindlich ab 1.1.1965

1. GERÄTE

Enghals-Meßkolben B 500 in TGL 7898 Geräteglas 45
 Becherglas 600 TGL 0-12 331
 Tiegel A 30 TGL 3047 Pt
 Exsikkator nach TGL 8204
 Vollpipette 200 A - TGL 11 992
 Elektrische Heizplatte
 Elektrisch beheizter Muffelofen
 Analysenwaage 0,1 mg Wägegenauigkeit, Wägebereich bis 50 g
 Gasanschluss mit Brenner

2. CHEMIKALIEN

Ammoniumchlorid NH_4Cl , zur Analyse (z.A.) nach TGL 8499
 Chlorwasserstoffsäure HCl , z.A., konzentriert, 1:4 verdünnt
 Ammoniumhydroxid NH_4OH , z.A., Dichte 0,91
 Ammoniumnitrat NH_4NO_3 , z.A., nach TGL 8905, Lösung (Waschflüssigkeit) 1%
 Silbernitrat AgNO_3 , z.A., Lösung 1%
 Methylrot $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{N}_3\text{Na}$, z.A., wäßrige Lösung 0,2%
 Trockenmittel, zum Beispiel Calciumchlorid kristallisiert reinst nach
 TGL 9575
 Wasser H_2O , destilliert

3. PROBEGUT

Filtrat nach TGL 15 636

4. DURCHFÜHRUNG

4.1. Bestimmung der Summe der Oxide des Eisens,
Aluminiums und Titans ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$)

Das Filtrat aus der Bestimmung des Silicium(IV)-oxides nach TGL 15 636 ist
 in den Meßkolben überzuführen und der Kolben mit Wasser bis zur Marke an-
 zufüllen. Sollte das Volumen des Filtrates 500 ml überschreiten, so ist das

Fortsetzung Seite 2 und 3

Zuständiger Fachbereich: 154, Keramische Verfahrenstechnik
 Bestätigt: 3.2.1964, Amt für Standardisierung, Berlin

Filtrat entsprechend weit einzudampfen. Für die Bestimmung sind dem Meßkel-
ben 200 ml zu entnehmen und in das Becherglas überzuführen. Der Lösung im
Becherglas sind 5 g Ammoniumchlorid und einige Tropfen Methylrotlösung zu-
zusetzen. Auf der Heizplatte ist die Lösung bis nahe zum Sieden zu erhitzen
und zur vollständigen Oxydation des Eisen(II) zu Eisen(III) 1 ml Bromwasser
zuzusetzen. Die Lösung ist etwa 5 min zu kochen.

Zum Füllen der Hydroxide und Oxidhydrate ist der heißen Lösung tropfenweise
Ammoniumhydroxid zuzusetzen, bis die rote Lösung gerade in gelb umschlägt.

Danach ist kurz aufzukochen und das Gemisch der Hydroxide von Aluminium,
Eisen und der Oxidhydrate von Titan durch ein aschefreies Filter zu filtrie-
ren. Das Filtrat darf nur schwach nach Ammoniumhydroxid riechen, da ein
Überschuß an Ammoniumhydroxid einen Teil der Hydroxide wieder lösen würde.
Niederschlag und Becherglas sind mit möglichst heißer Waschflüssigkeit fünf-
mal auszuwaschen. Auswaschen mit Wasser würde durch eine gewisse Löslichkeit
des Niederschlages zu Verlusten führen. Um etwa mitgerissene geringe Mengen
an Calcium und Magnesium abzutrennen, ist der Niederschlag von dem Filter
mit heißer Chlorwasserstoffsäure zu lösen. Das Filter ist mit Wasser auszu-
waschen und dann das Füllen mit Ammoniumhydroxid in der beschriebenen Weise
zu wiederholen. Dabei ist zweckmäßig, durch das bei der ersten Fällung be-
nutzte Filter zu filtrieren und mit heißer Waschflüssigkeit auszuwaschen,
bis das Filtrat bei Zugabe von Silbernitratlösung keine Trübung zeigt.

Zur Überprüfung der restlosen Abscheidung ist das Filtrat durch Kochen auf
etwa 300 ml einzuengen und dann einige Tropfen Ammoniumhydroxid bis zum Um-
schlag des Indikators nach gelb zuzusetzen. Nach einstündigem Stehen sind
etwa ausgeschiedene Flocken zu filtrieren und nach dem Auswaschen mit der
Hauptmenge der Ammoniumhydroxidfällung zu vereinigen.

Das Filter mit dem Niederschlag ist zunächst vorsichtig über der Gasflamme
in einem vorher geglühten und tarierten Tiegel zu veraschen und anschließend
im elektrisch beheizten Muffelofen bei $1200\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 3 h zu glühen. Das
Glühen ist bei der hohen Temperatur von $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ vorzunehmen, weil das Alu-
miniumoxidhydrat nur bei sehr hohen Temperaturen in nichthygroskopisches
 α -Oxid umgewandelt wird.

Nach dem Abkühlen im Exsikkator über einem Trockenmittel auf Raumtemperatur
ist der Tiegel mit dem Glührückstand auf 0,2 mg genau zu wägen und die Masse
des Glührückstandes festzustellen.

Der Glührückstand enthält die Oxide des Eisens, Aluminiums und Titans und
Spuren von Silicium(IV)-oxid. Die Restmenge an Silicium(IV)-oxid im Glührück-
stand ist nach TGL 15 636 zu ermitteln und von der Masse des Glührück-
standes abzuziehen.

4.2. Berechnung der Summe der Oxide des Eisens, Aluminiums und Titans ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$)

$$\text{Summe der Oxide} = \frac{\alpha_g \cdot 2,5 \cdot 100}{E} \left[\frac{\%}{\%} \right]$$

Darin bedeuten:

α_g = Masse des Glührückstandes nach Abzug der Restmenge
an Silicium(IV)-oxid in mg

E = Einwaage nach TGL 15 636 in mg.

5. BERECHNUNG DES ALUMINIUMOXIDES

$$\text{Al}_2\text{O}_3 = \text{Summe der Oxide} - (\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2) \quad [\%]$$

Darin bedeuten:

Summe der Oxide: Berechnung nach Abschnitt 4.2, in %

Fe_2O_3 : Bestimmung nach TGL 13 717 in %
Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe;
Bestimmung des Eisen(III)-oxides mit
Titan(III)-chlorid-Lösung

TiO_2 : Bestimmung nach TGL 9340 Bl.2 in %
Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe;
Bestimmung des Titan(IV)-oxides, photometrisch.

6. WIEDERHOLSTREUBEREICH

Bei 2 Parallelbestimmungen mit Gehalten

bis 1% Al_2O_3 in der Probe $\pm 0,1\%$ absolut
über 1 bis 10% Al_2O_3 in der Probe $\pm 0,2\%$ absolut
über 10 bis 50% Al_2O_3 in der Probe $\pm 0,25\%$ absolut

Bei größeren Abweichungen ist die Bestimmung zu wiederholen.

7. PRÜFBERICHT

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diesen Standard anzugeben:

Prüfende Stelle
Bezeichnung der Probe
 Al_2O_3 -Gehalt in %
Datum der Prüfung
Name des Prüfers

Hinweise:

Dieser Standard ist entstanden unter Berücksichtigung von GOST 2642-60 und DIN 51 071 Ausg.5.57.

Änderungen gegenüber GOST 2642-60 und DIN 51 071 Ausg.5.57:.

Fe_2O_3 und TiO_2 werden nach bestehenden Standards bestimmt und die Differenz zur Summe der Oxide gebildet;
redaktionell überarbeitet.

Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe; Bestimmung des Aluminiumoxides, komplexometrisch siehe TGL 13 584 Bl.2.