

eingewogen, mit Soda vermischt und mit Platindeckel etwa 15 min bei 1000 °C im Muffelofen aufgeschlossen.

Nach Abkühlung und quantitativem Abspülen des Deckels wird der Schmelzkuchen mit Wasser auf einem Wasserbad bis zum Zerfallen des Schmelzkuchens digeriert. Nach Neutralisation mit Salpetersäure dampft man auf dem Wasserbad zur Trockne ein. Der erhaltene Rückstand wird in der Schale 2 h bei 110 °C im Trockenschrank getrocknet.

Der mit Salpetersäure/Wasser-Gemisch aufgenommene Rückstand wird erneut einige Minuten auf dem Wasserbad digeriert und durch ein dichtes Filter in einen Meßkolben filtriert. Das Filter wird in vorgewogenem Platintiegel verascht und 1 h bei 1150 °C geglüht. Die erhaltene Rohkieselsäure wird dann in bekannter Weise mit Fluß/Schwefelsäure abgeraucht, 15 min bei 1150 °C geglüht und ausgewogen.

Nach diesem einmaligen Abscheiden der Hauptkieselsäuremenge wird die Restkieselsäuremenge fotometrisch bestimmt.

2.3. Bestimmung der Restkieselsäuremenge

Die fotometrische Bestimmung erfordert die Aufstellung einer Eichkurve. Diese Eichkurve soll aus reinstem Quarzsand nach Aufschluß mit Soda und Lösen in Wasser hergestellt werden. Die Einwaage soll eine

definierte Menge SiO₂/l enthalten. Von dieser Lösung werden aliquote Teile in Kunststoffbecher gegeben, mit Flußsäure und nach 10 min Wartezeit mit Borsäure versetzt. Man macht mit Natronlauge gegen 2,4 Dinitrophenol als Indikator alkalisch und neutralisiert mit Salpetersäure.

Nach Zugabe von Ammonmolybdat, Weinsäure und einer Reduktionslösung, die aus Natriumsulfit, 1-Amino-2-naphthol-4-sulfonsäure und Natriumpyrosulfit besteht, werden die Lösungen in Meßkolben überführt. Nach 1 h werden die Extinktionen gegen eine Blindlösung bei $\lambda = 925$ nm gemessen. Aus den erhaltenen Extinktionen und den SiO₂-Einwaagen ist eine Eichkurve aufzustellen.

2.4. Messung der Probelösung

Zur Messung der Probelösung entnimmt man dem Filtrat der Hauptabscheidung aliquote Anteile in einen Kunststoffbecher und verfährt dann weiter, wie bei der Aufstellung der Eichkurve beschrieben ist. Aus der Eichkurve wird die entsprechende SiO₂-Menge für den aliquoten Anteil ermittelt.

2.5. Gesamtkieselsäuregehalt

Die gravimetrisch erhaltene Kieselsäuremenge addiert zu der Restkieselsäuremenge ergibt den Gesamtgehalt an SiO₂.

3. Literatur

- [1] GEBHARDT, F. und KIMMEL, S.: Beiträge zur Kieselsäurebestimmung in Gläsern. Vergleich verschiedener Methoden bei fluor- und/oder borhaltigen Gläsern. *Glastechn. Ber.* **36** (1963) S. 212–217.
- [2] FLESSA, W.: Versuche zur kolorimetrischen Bestimmung der Restkieselsäure im Filtrat einer SiO₂-Abscheidung mit Salpetersäure als reduzierte Silicomolybdänsäure. (Fachausschußvortrag.)
- [3] WINTER, E.: Ein Beitrag zur fotometrischen Kieselsäurebestimmung. *Glastechn. Ber.* **41** (1968) S. 522–524.
- [4] LANGE, J.: Kombiniertes gravimetrisch-fotometrisches Verfahren zur Kieselsäurebestimmung in Gläsern und Silicaten. *Silikattechn.* **20** (1969) S. 167. [Ref. *Glastechn. Ber.* **43** (1970) S. 385.]

71-1435

DK 543:666.11.01:546.33-31:543.21:543.423

Bestimmung von Na₂O im Glas

Von HANS GEULEN, Stolberg (Rhld.)

(Vortrag auf dem Symposium „Silicatanalyse in der Glasindustrie“ am 13. und 14. Mai 1971 in Bremen)

(Mitteilung aus den Vereinigten Glaswerken, Werk Stolberg, Stolberg (Rhld.))

(Eingegangen am 7. Juli 1971)

Zur Bestimmung von Na₂O im Glas hat der Unterausschuß „Glasanalyse“ im Fachausschuß I der DGG zwei Verfahren ausgearbeitet, von denen das eine Natrium gravimetrisch als Na-Zn-Uranylacetat bestimmt, während mit dem anderen Verfahren der Natriumgehalt flammenfotometrisch

mit Hilfe zweier Eichlösungen ermittelt wird. Beide Methoden sind an einem Testglas erprobt worden. Die gute Übereinstimmung der aus den beiden unterschiedlichen Verfahren gewonnenen Ergebnisse berechtigt, beide Analysemethoden zur Normung vorzuschlagen.

Determination of Na₂O in glass

The Glass Analysis Subcommittee of the DGG has tested two methods of determining sodium, by the zinc uranyl acetate gravimetric method and by flame photometer using two standard calibration solutions. Both methods were

tested on a standard glass. The good agreement obtained from both procedures has resulted in both methods being put forward for standardization.

Dosage de Na₂O dans le verre

Le Sous-comité «Analyse du verre» du Comité I de la DGG a élaboré deux méthodes de dosage de Na₂O dans le verre. La première dose le sodium par gravimétrie sous forme d'acétate d'uranyle Na-Zn, la seconde permet de déterminer la teneur en sodium par photométrie de flammes

à l'aide de deux solutions étalons. Les deux méthodes ont été expérimentées sur un verre échantillon. La bonne concordance des résultats obtenus par ces méthodes justifie que l'on propose de les normaliser toutes deux.

Es ist nicht die Aufgabe dieser Abhandlung, einen detaillierten Analysengang wiederzugeben. Für Einzel-

heiten sei auf das im Entwurf fertiggestellte Normblatt hingewiesen. Deshalb wurden auch nur dort Mengen-

angaben angeführt, wo sie wichtiger Bestandteil des Meßprinzips sind.

1. Gravimetrische Natriumbestimmung

Wie erwähnt, hat man sich bei der gravimetrischen Natriumbestimmung für das Zink-Uranylacetat-Reagenz entschieden. Gegen die Verwendung des früher angewandten Magnesium-Uranylacetates spricht seine hohe Viskosität, die das Filtrieren erschwert, und der relativ niedrige Gehalt von Uranylacetat, der neben dem Magnesium noch möglich ist. Dagegen gestattet das Zinkreagenz die doppelte Menge Uranylacetat im gleichen Volumen. Damit verringert sich das gesamte Fällungsvolumen, was für die quantitative Abscheidung des Natriums günstig ist. Zudem ist die Viskosität des Zink-Uranylacetat-Reagenzes geringer als die des entsprechenden Magnesiumsalzes. Für die Bereitung des Reagenzes sind verschiedene Vorschläge gemacht worden. Nach den Untersuchungen von W. GEBAUHR führt die von ihm angegebene Konzentration an Zinkacetat und Uranylacetat zu den besten Ergebnissen.

Die Problematik des gravimetrischen Verfahrens liegt in der nicht unerheblichen Löslichkeit des Natrium-Zinkuranylacetates, was eine genaue Festlegung der gesamten Fällungsbedingungen erfordert. Die Fällung erfolgt bei einer hohen Salzkonzentration. Die Überführung des Niederschlages in den Filtertiegel sowie das Auswaschen müssen dieser Löslichkeit Rechnung tragen und erfordern die Beachtung mikroanalytischer Technik. Dem Einfluß der Fremdionen sind zahlreiche Untersuchungen gewidmet worden.

Es stören z. B. größere Mengen Sulfationen, weil sie beim späteren Einengen ein Ausfallen von CaSO_4 bewirken. Deshalb wird auch der Flußsäure-Perchlorsäure-Aufschluß angewandt. Die Erdalkalien stören nicht, solange ihre Gewichtsmenge die des Natrium nicht überschreitet. Eisen und Aluminium sind auf die Bestimmung ohne Einfluß, wenn ihr Prozentgehalt in den üblichen Kalk-Natron-Gläsern nur gering ist. Kalium stört, wenn es in größerer Menge als Natrium vorhanden ist. Bei hohen Genauigkeitsansprüchen dürfen Ammonsalze nicht zugegen sein.

Da der Niederschlag nur 1,5% Natrium enthält, lassen sich noch sehr kleine Mengen Natrium erfassen.

Die allenthalben gewünschte Steigerung der Analysengenauigkeit, speziell bei der hier behandelten Alkali-bestimmung in Kalk-Natron-Gläsern, läßt sich nicht bloß durch ein zuverlässiges Bestimmungsverfahren realisieren, auch die vorausgehenden Aufschluß- und evtl. Trennverfahren müssen die gleiche Zuverlässigkeit aufweisen.

1.1. Aufschluß

Die Zuverlässigkeit des Aufschlusses ist davon abhängig, in welchem Maße Verluste durch Verspritzen der Aufschlußlösung durch die in ihr entstehenden Gasbläschen vermieden werden. Man kann durch Bedecken des Aufschlußgefäßes Spritzverluste weitgehend ausschließen. Andererseits besteht die Gefahr, daß die sich bildende Flüssigkeitshaut ein Kriechen des Inhaltes über den Behälterrand verursacht. Mit dem hier beschriebenen Aufschlußverfahren lassen sich Substanzverluste auf ein vernachlässigbares Maß verringern. Hierzu wird die zerkleinerte Glaseinwaage von 1 g in

einer kleinen Platinschale mit Wasser durchfeuchtet, anschließend mit Flußsäure und dann mit Perchlorsäure versetzt. In der offenen Schale wird zunächst nur so hoch erhitzt, bis die Flußsäure abgeraucht ist. Dann erhöht man die Temperatur vorsichtig, bis die ersten Dämpfe der Perchlorsäure auftreten. Nach dem Abkühlen fügt man erneut wenige ml Flußsäure hinzu und wiederholt diesen Vorgang. Mit weiterem Erhitzen beginnt nun die Zersetzung der Fluoride und Silicofluoride durch die Perchlorsäure und damit die Entwicklung feiner Gasblasen, was zu einem mehr oder weniger starken Verspritzen der Lösung führt. Dies ist um so bedenklicher, weil jetzt eine wesentlich konzentriertere Lösung verstäubt als zu Beginn des Abrauchens. Sobald diese Gasentwicklung beginnt, wird bei bedeckter Schale so lange erhitzt, bis keine Blasen mehr beobachtet werden und nur noch die überschüssige Perchlorsäure verdampft. Da in dieser Schlußphase des Aufschlusses Verluste durch Verstäubung nicht mehr zu befürchten sind, kann jetzt bei offener Schale unter Temperatursteigerung die Perchlorsäure bis zur Trockne abgeraucht werden. Anschließend werden Deckel und Wandung mit wenig Säure abgespült und letztere verdampft. Der Schaleninhalt wird mit einigen ml Perchlorsäure bis zum Rauchen erwärmt und in ein Becherglas überführt.

Im Anschluß an diesen Aufschluß werden die drei- und mehrwertigen Metalloxide entfernt. Bei dieser Vortrennung fallen Niederschläge aus, die Alkali adsorbieren können. Die Verluste durch Adsorption sind abhängig von der Menge des vorhandenen Alkali, der Art und der Menge des ausfallenden Niederschlages und dem Lösungsvolumen. Sofern es sich um die Analyse der üblichen Kalk-Natron-Gläser mit geringem Gehalt an Eisen und Aluminium handelt, ist mit merklichen Alkaliverlusten nicht zu rechnen. Andernfalls ist eine Umfällung des Hydroxidniederschlages erforderlich.

Zur Abtrennung der Sesquioxide wird die Aufschlußlösung in der Siedehitze bei Anwesenheit von Methylrot tropfenweise mit einer wäßrigen Kalkaufschlammung bis zum Umschlag des Indikators versetzt und nach kurzem Aufkochen in einen Meßkolben filtriert. Nach dem Auswaschen säuert man mit Essigsäure an, wobei eine evtl. Trübung von Kalkmilch wieder verschwindet, und füllt den Kolben auf.

1.2. Fällung mit Zink-Uranylacetat

Für die Bestimmung sind folgende Reagenzien erforderlich: Das Fällungsreagenz wird 24 h vor der Bestimmung aus Zinkacetat und Uranylacetat in essigsaurer Lösung hergestellt. Das Reagenz muß mit Natrium-Zinkuranylacetat gesättigt sein, wozu man der frischbereiteten Reagenzlösung wenige mg Natriumchlorid zusetzt und 24 h stehen läßt.

Als Waschflüssigkeiten dienen 96prozentiger Äthylalkohol sowie Diäthyläther. Beide Flüssigkeiten müssen analog dem Fällungsreagenz mit dem Tripelsalz gesättigt sein. Auch sie werden 24 h stehen gelassen und zur Aufhebung von Übersättigung der Norm entsprechend geschüttelt. Es ist darauf zu achten, daß der Waschkohol 96 Vol.-% Äthylalkohol enthält. Eine geringere Konzentration führt zu Fehlergebnissen.

Nach den Erfahrungen des Autors ist es am günstigsten, der Aufschlußlösung 5 ml — entsprechend 5 bis 10 mg Na_2O — zu entnehmen, und nach deren Ein-

dampfen das doppelte Volumen, also 10 ml, an Reagenzlösung anzuwenden. Die 5-ml-Aufschlußlösung wird in einem 25-ml-Becherglas vorsichtig zur Feuchte eingedampft. Da der Feuchtezustand des Rückstandes die Genauigkeit der Bestimmung beeinflusst, ist darauf zu achten, daß beim Eindunsten keine weißen trockenen Salzkrusten entstehen, vielmehr soll der Eindampfrückstand noch feucht-durchsichtig bzw. „glasig“ erscheinen. Der Salzurückstand wird bei Raumtemperatur mit 1 ml bidestilliertem Wasser in Lösung gebracht. Nach Zugabe von 10 ml filtriertem Reagenz wird 15 min langsam gerührt. Dabei darf kein Niederschlag an die obere Wandung des Fällungsgefäßes gelangen. Der Niederschlag wird auf einen Porzellanfiltertiegel von etwa 6 ml Inhalt gebracht. Das Filtrat wird in eine eigens dazu angefertigte Mikrospritzflasche von etwa 30 ml Inhalt gefüllt und damit die Niederschlagreste quantitativ aus dem Becherglas gespült. Nach einiger Übung reicht das Filtrat völlig aus, um den Niederschlag restlos auf den Filtertiegel zu bringen. Anschließend wird mit frischer Reagenzlösung nachgewaschen. Durch scharfes Absaugen wird die Reagenzlösung weitgehendst aus dem Niederschlag entfernt, ohne daß der Niederschlag dabei trocken werden darf.

Auch beim anschließenden Waschen mit Alkohol muß die ausgearbeitete Verfahrensweise genau beachtet werden. Der Niederschlag wird mit insgesamt 10 ml Waschkohol in fünf Raten gewaschen. Es wird so verfahren, daß zunächst unter Normaldruck mit 2 ml die Tiegelwand abgespült und der Niederschlag gut durchgefuechtet wird. Sofort hiernach wird bei vollem Wasserstrahlvakuum abgesaugt. Es darf also kein Waschkohol über dem Niederschlag verweilen. Dieses Verfahren wiederholt man viermal. Die anschließende Ätherwäsche erfolgt unter gleichen Umständen. Nach beendetem Waschen wird 10 min über Silikagel getrocknete Raumluft durchgesaugt und der Tiegel nach 1 h Stehen im Exsikkator ausgewogen.

1.3. Ergebnisse

Nach den vorliegenden Ergebnissen liefert das gravimetrische Verfahren für das getestete Kalk-Natron-Glas reproduzierbare Ergebnisse mit einer Standardabweichung $s = \pm 0,07\%$ ($N = 62$), wobei noch zu erwähnen ist, daß bei Bestimmungen in einem Laboratorium eine Standardabweichung von $s = \pm 0,05\%$ leicht reproduzierbar ist.

2. Flammenfotometrische Natriumbestimmung

Die flammenfotometrische Bestimmung des Na₂O erfolgt durch Messen der Lichtemission bei der Wellenlänge 589 nm. Zum Isolieren dieser Wellenlänge aus der Gesamtstrahlung verwendet man einen Monochromator oder eine Natriumdoppelinterferenzfilter. Empfohlen, jedoch nicht unbedingt erforderlich, wird als Anregungsquelle ein Vorkammerzerstäuber. Um die Anregungsbeeinflussung möglichst gering zu halten, wird mit einer „kühlen“ Propan/Luft-Flamme gearbeitet. Nähere Details über die optische Selektion, Strahlungsempfänger, Anzeigergerät und Gas- bzw. Lufteinstellung sind so eng an den Typ des verwendeten Fotometers gebunden, daß sie in diesem Rahmen im einzelnen nicht besprochen werden können. Wer sich mit der Flammenfotometrie beschäftigt, weiß, daß z. B. jeder Brenner seine eigene

Brenngascharakteristik hat, und daß alle Meßbedingungen optimal an den jeweiligen Gerätetyp angepaßt werden müssen.

Die Messungen erfolgen nach der Eingabelungsmethode, d. h. die Bestimmung wird mit je zwei Eichlösungen ausgeführt, deren bekannte Natriumkonzentrationen (in %) die der Probelösung eingabeln. Die Lösungen werden in der Reihenfolge Eichlösung 1 (mit der höheren Na-Konzentration), Probelösung und Eichlösung 2 (mit der niedrigeren Na-Konzentration) zehnmal versprüht. Aus den jeweils gefundenen Meßwerten dieser Dreierkombination erhält man den Gehalt an Na₂O (in %) durch eine einfache Dreisatzrechnung. Die zehn Einzelwerte werden dann arithmetisch gemittelt. Dabei wird vorausgesetzt, daß die Eichkurve zwischen den Konzentrationen der Eichlösungen linear verläuft. Man muß also so eng eingabeln, daß diese Bedingung erfüllt ist. Durch die Methode werden zufällige Änderungen in der Meßanordnung (z. B. Schwankungen des Gasdruckes oder der Zerstäubung in die Flamme, Änderungen des Fotostromes) weitgehend ausgeglichen. Außer diesen gerätebedingten Störungen muß man mit Störungen durch Fremdionen infolge Anregungsbeeinflussung innerhalb der Flamme und Querempfindlichkeit wegen mangelnder optischer Selektion rechnen. Bekanntlich ist der Ionisationszustand eines Elementes innerhalb der Flamme und seine Störanfälligkeit durch Ionisation anderer Partner von den absoluten Konzentrationen in der Flamme und der Flammentemperatur und damit stark von den apparativen Gegebenheiten, wie Brennerform, Gasmischung, Ansauggeschwindigkeit usw., abhängig. Es ist daher erforderlich, die Arbeitsbedingungen so zu wählen, daß diese Störeinflüsse möglichst gering sind.

Allgemein wird die Anregungsbeeinflussung durch Fremdionen mit abnehmender Konzentration der Analysenlösung verringert. Die für die Alkalibestimmung günstigste Konzentration liegt im Bereich zwischen 10 und 15 mg Na₂O/l. In diesem Bereich vermag man sowohl bei der Vorkammer als auch bei der Direktzerstäubung mit Spaltbreiten von 0,2 mm zu messen, wobei der Direktzerstäuber sogar Spaltbreiten von nur 0,02 bis 0,03 mm gestattet.

Bei der flammenfotometrischen Na-Bestimmung sind folgende Störungen möglich: Die gegenseitige Beeinflussung von Natrium durch Kalium infolge von Anregungsbeeinflussung dürfte im Falle eines normalen Kalk-Natron-Glases bei geringem Kaliumgehalt ohne Bedeutung sein. Der Einfluß von Calcium auf Natrium infolge Querempfindlichkeit kann durch eine gute optische Selektion und Anwendung einer „kühlen Flamme“ stark zurückgedrängt werden. Die Störung durch Aluminium und Eisen ist in dem hier gewählten Konzentrationsbereich und durch die Anwendung der Propan/Luft-Flamme vernachlässigbar.

Der Fehler durch die Erdalkalibeeinflussung läßt sich dadurch eliminieren, indem man der Eingabelungslösung so viel Calcium und Magnesium zusetzt, wie in der Probelösung vorhanden ist.

Bei den durch Anionen hervorgerufenen Störungen ist in diesem Fall besonders die durch Chloridionen verursachte Dissoziationsbeeinflussung zu erwähnen. Eine Änderung der Salzsäuremenge um ± 1 ml (im Konzentrationsbereich 0 bis 10 ml HCl (1 + 1)/l) verfälscht das

Ergebnis um $\pm 0,06\%$ Na₂O. Dieser Störung beugt man vor, indem unterschiedliche Chloridkonzentrationen vermieden und Probe- als auch Eingabelungslösungen dem gleichen Aufschlußverfahren unterworfen werden.

Alle für die Durchführung benötigten Lösungen werden durch Verdünnen aus Stammlösungen hergestellt. Zur Herstellung der Probelösung wird ein Flußsäure-Schwefelsäure-Aufschluß angewandt.

2.1. Aufschluß

Für den Aufschluß, der gleichzeitig auch für die Bestimmung der Erdalkali- und Sesquioxide dient, werden genau 2,5000 g Glas in die Platinschale eingewogen, mit wenigen ml Wasser angefeuchtet und hintereinander mit Flußsäure und Schwefelsäure (1 + 1) versetzt. Das Reaktionsgemisch wird langsam bis zum beginnenden Rauchen der Schwefelsäure erhitzt. Nach sofortigem Abkühlen gibt man abermals wenige ml Flußsäure hinzu und wiederholt das Abrauchen. Beim Einsetzen der Entwicklung feiner Gasblasen ist das Aufschlußgefäß mit einem Deckel zu versehen. Erst wenn die überschüssige freie Säure ohne Bildung von Blasen verdampft, kann in der offenen Schale bei erhöhter Temperatur die Schwefelsäure bis zur Trockne abgeraucht werden. Hiernach wird die nunmehr bedeckte Schale in einem auf 550 °C erhitzten Muffelofen 15 bis 20 min belassen. Anschließend wird nach kurzem Abkühlen die noch warme Schale mit 10 ml Salzsäure (1 + 1) versetzt und das Reaktionsgemisch nach 5 min Stehen quantitativ mit Wasser in ein Becherglas überführt. Die Lösung wird aufgekocht und die völlig klare Aufschlußlösung in einem 500-ml-Meßkolben bei Raumtemperatur aufgefüllt.

Diese Stammlösung der Probe enthält 5 mg Glas/ml und weist eine Acidität von etwa 0,1 n auf. Zur Herstellung der Probelösung werden 20 ml der Stammlösung in einem 1-l-Meßkolben mit so viel Salzsäure versetzt, daß sich beim Auffüllen wieder eine Acidität von 0,1 n einstellt.

2.2. Herstellung der Natriumstammlösung, der Eingabelungs- bzw. Eichlösungen

2.2.1. Natriumstammlösung

Zur Herstellung der Natriumstammlösung wird soviel Natriumcarbonat p.a. eingewogen, daß 1 ml Stammlösung etwa 0,6 mg Na₂O entspricht. Das Carbonat wird zuvor 1 h auf 350 bis 400 °C erhitzt. Nach dem Abkühlen wird die Carbonateinwaage in einen 1-l-Meßkolben übergeführt und die genaue Einwaage durch Zurück-

wiegen ermittelt. Das Carbonat wird im Meßkolben in Wasser gelöst, mit 10 ml Salzsäure (1 + 1) angesäuert und nach beendeter Gasentwicklung mit Wasser aufgefüllt.

2.2.2. Calcium-Magnesium-Matrixlösung

Aus Calciumcarbonat (alkalifrei) und geglühtem Magnesiumoxid oder der äquivalenten Menge an Magnesiumband wird eine Lösung hergestellt, die bezüglich ihrer Gehalte an Calcium und Magnesium mit den entsprechenden Gehalten der Probe übereinstimmt. Die erforderlichen Einwaagen werden in Wasser mit möglichst wenig Salzsäure (1 + 1) gelöst und im Meßkolben auf 500 ml aufgefüllt. Diese Matrixlösung muß in 10 ml so viel Calcium und Magnesium enthalten, wie 100 mg der Glasprobe entsprechen.

2.2.3. Eichlösungen

Es werden zwei Eichlösungen hergestellt, deren jeweilige Konzentration an Natrium etwas oberhalb und unterhalb der zu erwartenden Natriumkonzentrationen in der Probelösung liegt. Genaue Konzentrationsangaben bezüglich dieser Stufung können nicht festgelegt werden, da sie vom Typ des verwendeten Flammenfotometers und von der Zusammensetzung der Probe abhängen. Zu diesem Zweck mißt man die erforderlichen Volumen der Natriumstammlösung ab und überführt diese in Platinschalen. Nun gibt man jeweils 10 ml Calcium-Magnesium-Matrixlösung, entsprechend 100 mg Glaseinwaage, hinzu und raucht zweimal mit Flußsäure und Schwefelsäure zur Trockne ab. Man löst die Abdampfrückstände mit soviel Salzsäure, daß sich beim Auffüllen auf 1 l die gleiche Acidität wie bei der Probelösung einstellt. Diese Eichlösungen bzw. Eingabelungslösungen geben den Na₂O-Gehalt direkt (in%), bezogen auf 100 mg Glaseinwaage, an.

2.3. Durchführung

Die Messung erfolgt, wie eingangs erwähnt wurde, in der Reihenfolge Eichlösung 1, Probelösung, Eichlösung 2. Während diese Meßfolge zehnmal wiederholt wird, dürfen keine mechanischen oder elektrischen Korrekturen am Gerät vorgenommen werden.

2.4. Ergebnis

Das Verfahren gibt zuverlässige Ergebnisse, wie die Übereinstimmung mit den gravimetrisch gewonnenen Na₂O-Werten beweist. Die statistische Auswertung der Gemeinschaftsarbeiten des Unterausschusses „Glasanalyse“ ergab eine Standardabweichung $s \pm 0,05\%$ Na₂O ($N = 45$).