

Bestimmung der Verseifungszahl

DIN
53 401

Determination of saponification value
Détermination de l'indice de saponification

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.

1 Zweck und Anwendung

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung des Gehaltes an veresterten Säuren, z. B. in Lösungsmitteln¹⁾, Ölen, Fetten, Fettsäuren, Natur- und Kunstharzen²⁾ sowie Weichmachern¹⁾, wobei zwangsläufig auch freie Säuren und Säureanhydride erfaßt werden.

Die Norm ist wegen der unterschiedlichen Verseifungsgeschwindigkeit der zu prüfenden Substanzen nur bedingt anwendbar, wenn eine ausreichende Verseifung unter den festgelegten Bedingungen nicht sichergestellt ist. Hiervon muß man sich gegebenenfalls durch eine Vorprüfung mit verlängerter Verseifungsdauer und/oder mit einer Kaliumhydroxid-Lösung in einem höhersiedenden Alkohol vergewissern. Das Verfahren ist nicht auf Substanzen anwendbar, die mit Alkali neben der Verseifung weitere Reaktionen eingehen.

Sofern nichts anderes festgelegt (z. B. das unter Weitere Normen genannte Verfahren zur Bestimmung der Verseifungszahl) oder vereinbart ist, soll dieses Verfahren angewendet werden.

2 Begriffe

2.1 Verseifungszahl

Unter der Verseifungszahl wird diejenige Menge Kaliumhydroxid in mg verstanden, die für die Verseifung von 1 g der zu untersuchenden Probe erforderlich ist.

2.2 Verseifung

Unter Verseifung im Sinne dieser Norm wird die Bildung von Alkalisalzen verstanden, gleichgültig in welcher Form die entsprechenden Säuren vorgelegen haben.

3 Probenahme

Aus dem zu prüfenden Erzeugnis wird eine Durchschnittsprobe entnommen, die für mindestens zwei Bestimmungen ausreicht³⁾.

¹⁾ Begriffe Lösungsmittel und Weichmacher siehe DIN 55 945

²⁾ Begriffe Natur- und Kunstharz siehe DIN 55 947

³⁾ Über die Probenahme ist eine Norm in Vorbereitung.

4 Anzahl der Bestimmungen

Die Verseifungszahl wird mindestens zweimal bestimmt.

5 Gerät

200- bis 300-cm³-Kolben aus Glas der hydrolytischen Klasse 1 nach DIN 12 111, enghalsig mit Normschliff

Rückflußkühler mit Normschliff

25- oder 50-cm³-Bürette, nach DIN 12 700

Analysenwaage⁴⁾

Heizvorrichtung

Gegebenenfalls:

Magnetrührer

Vorrichtung zur potentiometrischen Titration, pH-Meßgerät oder Spannungsmeßgerät, mit Glaselektrode und Bezugselektrode (siehe auch DIN 19 260, DIN 19 263, DIN 19 264).

6 Reagenzien

Kaliumhydroxid-Lösung, etwa 0,5 N in Äthanol.

Salzsäure, 0,5 N, methanolisch/wäßrig. Der Inhalt einer für 1000 cm³ 0,5 N wäßrige Salzsäure vorgesehenen Ampulle (etwa 70 cm³) wird mit etwa 130 cm³ Wasser in einen 1000-cm³-Meßkolben gespült. Anschließend wird mit Methanol bis zur Marke aufgefüllt.

A n m e r k u n g : Bei der Bestimmung der Verseifungszahl von Ölen und Lösungsmitteln darf auch mit wäßriger Salzsäure titriert werden.

Phenolphthalein-Lösung, 1%ig in Äthanol

Thymolphthalein-Lösung, 1%ig in Äthanol

Toluol oder ein anderes geeignetes unverseifbares Lösungsmittel

7 Vorprüfung

Zur Prüfung, ob die Verseifungszahl nach Abschnitt 8 bestimmt werden kann, werden durch Verlängern der Verseifungsdauer auf mindestens die doppelte Zeit

⁴⁾ Begriff Analysenwaage siehe DIN 8120

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 3

Fachnormenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe (FA) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN
Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im DIN

und/oder durch Verwendung einer Kaliumhydroxid-Lösung in einem deutlich höhersiedenden Alkohol als Äthanol, z. B. 1,2 Äthandiol (Äthylenglykol), die Verseifungsbedingungen verschärft. Dadurch wird festgestellt, ob nach Abschnitt 8 der Endwert erhalten wird oder welche Verseifungsbedingungen zum Erreichen eines Endwertes notwendig sind. Ist auch bei verschärften Verseifungsbedingungen kein Endwert zu erreichen, so muß das anzuwendende Verfahren vereinbart werden. Eine Verlängerung der Verseifungsdauer und die Verwendung eines anderen Alkohols als Äthanol sind im Prüfbericht anzugeben.

8 Durchführung

Die Einwaage der Probe richtet sich nach der zu erwartenden Verseifungszahl (Richtwerte siehe Tabelle). Sie soll so gewählt werden, daß nicht mehr als die Hälfte der zugegebenen Kaliumhydroxid-Lösung bei der Verseifung verbraucht wird (Verbrauch a mindestens 12,5 cm³). Die Probe wird auf 0,001 g eingewogen (Einwaage E) und gegebenenfalls in einer abgemessenen Menge Toluol oder eines anderen geeigneten, unverseifbaren Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches gelöst, wobei Erwärmung (Rückflußkühler) notwendig sein kann. Nach Zugabe von 25,0 cm³ Kaliumhydroxid-Lösung (aus einer Bürette) wird der Kolbeninhalt 1 Stunde lang auf der Heizvorrichtung unter Rückfluß auf Siedetemperatur gehalten. Danach wird ohne abzukühlen nach Zugabe von 3 Tropfen Phenolphthalein- oder Thymolphthalein-Lösung mit 0,5 N Salzsäure bis zum Umschlagspunkt, oder wenn die Eigenfarbe des zu prüfenden Produktes den Farbumschlag nicht mehr deutlich erkennen läßt, potentiometrisch titriert (Verbrauch a). In gleicher Weise, jedoch ohne Probe, wird ein Blindversuch durchgeführt (Verbrauch b), bei dem Art und Menge der Lösungsmittel dem Hauptversuch entsprechen müssen.

Bei der Bestimmung der Verseifungszahl von niedrig siedenden Lösungsmitteln ist darauf zu achten, daß bei der Einwaage und der Durchführung Verluste durch Verdunstung vermieden werden. Das kann z. B. durch Einwaage in die vorgelegte Kaliumhydroxid-Lösung und durch Verseifung bei niedriger Temperatur, gegebenenfalls bei Raumtemperatur, erreicht werden, dabei ist die notwendige Verseifungsdauer durch Vorprüfung nach Abschnitt 7 zu ermitteln.

Anmerkung: Bei potentiometrischer Titration dürfen keine Glaselektroden mit schleppender Potentialeinstellung benutzt werden. Bei einer zu langsamen Einstellung des Potentials durchläuft die Elektrode keine Gleichgewichtszustände, wodurch die Ergebnisse verfälscht werden.

Weitere Normen

Bestimmung der Verseifungszahl von Mineralölen siehe DIN 51 559

Bestimmung der Hydroxylzahl siehe DIN 53 240

Bestimmung der Säurezahl siehe DIN 53 402

Bestimmung der Jodzahl nach Wijs siehe DIN 53 241 Teil 1

Verseifungszahl mg KOH/g	Einwaage g
bis 10	20
über 10 bis 20	10
über 20 bis 50	5
über 50 bis 100	2,5
über 100 bis 200	1,5
über 200 bis 300	1
über 300 bis 500	0,5
über 500	0,2

9 Auswertung

Die Verseifungszahl in mg KOH/g wird nach folgender Zahlenwertgleichung berechnet:

$$\text{Verseifungszahl} = \frac{(b - a) \cdot 28,05}{E}$$

Hierin bedeuten:

- a Verbrauch in cm³ an 0,5 N Salzsäure bei der Titration der Probe
 - b Verbrauch in cm³ an 0,5 N Salzsäure beim Blindversuch
 - E Einwaage in g
- 28,05 Faktor zur Umrechnung von cm³ 0,5 N Salzsäure in mg KOH

10 Prüffehler

Da der Prüffehler zu stark von der Art der Probe abhängig ist, können keine allgemeinen Angaben gemacht werden.

11 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Bezeichnung des zu prüfenden Erzeugnisses
Verseifungszahl in mg KOH/g mit Angabe, ob potentiometrisch oder gegen welchen Indikator titriert wurde, auf drei wertanzeigende Ziffern, jedoch höchstens eine Dezimale gerundet

Einzelwerte

Mittelwert

Von dieser Norm abweichende Prüfbedingungen

Prüfdatum.