

Bestimmung der Verseifungszahl

DIN
53 401

Determination of saponification value
 Détermination de l'indice de saponification

Ersatz für Ausgabe 11.75

1 Zweck und Anwendungsbereich

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung einer Kennzahl für verseifbare Verbindungen, insbesondere Estern, z. B. in Lösemitteln¹⁾, Ölen, Fetten, Fettsäuren, Natur- und Kunstharzen²⁾ sowie Weichmachern³⁾, wobei zwangsläufig z. B. auch Säure und Säureanhydrid erfaßt wird.

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 (siehe Erläuterungen). 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 Kaliumhydroxid neben der Verseifung weitere Reaktionen eingehen. In Harzlösungen wird verseifbares Lösemittel mitbestimmt (siehe Erläuterungen).

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

2 Begriffe

2.1 Verseifungszahl

Die Verseifungszahl ist eine Kennzahl, die ausdrückt, welche Menge Kaliumhydroxid in mg 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

Die Probenahme wird je nach Zustand des zu prüfenden Ergebnisses nach DIN V 53 242 Teil 1 in Verbindung mit DIN 53 242 Teil 2, Teil 3 oder Teil 4 durchgeführt.

4 Anzahl der Bestimmungen

Die Verseifungszahl wird mindestens zweimal bestimmt.

5 Gerät

200- bis 300-ml-Kolben aus Glas der hydrolytischen Klasse 1 nach DIN 12 111, enghalsig, mit Normschliff
 Rückflußkühler mit Normschliff
 Bürette nach DIN 12 700 Teil 1 oder Motorkolbenbürette
 Analysenwaage³⁾
 Heizvorrichtung
 Gegebenenfalls:
 Magnetrührer

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

6 Reagenzien

Kaliumhydroxid-Lösung, $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$, in Ethanol oder 2-Propanol

Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$, wäßrig

Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$, alkoholisch-wäßrig. Der Inhalt einer für die Herstellung von 1000 ml wäßriger Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$, vorgesehenen Ampulle (etwa 70 ml) wird mit etwa 130 ml Wasser in einen 1000-ml-Meßkolben gespült. Anschließend wird mit Ethanol oder 2-Propanol bis zur Marke aufgefüllt. Der Titer muß täglich eingestellt werden.

Anmerkung: Bei der Bestimmung der Verseifungszahl von Ölen und Lösemitteln kann auch mit wäßriger Salzsäure titriert werden. Diese ist immer dann vorzuziehen, wenn bei der Rücktitration keine wesentlichen Trübungen auftreten.

Phenolphthalein-Lösung, 1% (Massenanteil) in Ethanol

Thymolphthalein-Lösung, 1% (Massenanteil) in Ethanol

Toluol oder ein anderes geeignetes unverseifbares Lösemittel oder Lösemittelgemisch

7 Vorprüfung

Zur Prüfung, ob die Verseifungszahl nach Abschnitt 8 bestimmt werden kann, werden durch Verlängern der Verseifungsdauer auf mindestens die doppelte Zeit und/oder durch Verwendung einer Kaliumhydroxid-Lösung in einem deutlich höhersiedenden Alkohol als Ethanol, z. B. einem Ethylenglykolether mit einer Siedetemperatur zwischen 135 °C und 200 °C, 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 (siehe Erläuterungen). Eine Verlängerung der Verseifungsdauer und die Verwendung eines anderen Alkohols als Ethanol 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 ml).

¹⁾ Begriff Lösemittel siehe DIN 55 945

²⁾ Begriffe Natur- und Kunstharz sowie Weichmacher siehe DIN 55 947

³⁾ Begriff Analysenwaage siehe DIN 8120 Teil 1

Fortsetzung Seite 2 und 3

Normenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe (FA) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN



Documents

Document Sharing Hub

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

Die Probe wird auf 0,001 g eingewogen (Einwaage E) und gegebenenfalls in einer abgemessenen Menge Toluol oder eines anderen geeigneten, unverseifbaren Lösemittels oder Lösemittelgemisches gelöst, wobei Erwärmung (Rückflüßkühler) notwendig sein kann. Nach Zugabe von 25,0 ml Kaliumhydroxid-Lösung wird der Kolbeninhalt 1 h auf der Heizvorrichtung unter Rückflüß auf Siedetemperatur gehalten. Danach wird, ohne abzukühlen, nach Zugabe von 3 Tropfen Phenolphthalein- oder Thymolphthalein-Lösung mit Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$, bis zum Umschlagpunkt titriert (Verbrauch a). In allen Zweifelsfällen, z.B. bei unscharfem Umschlagpunkt, muß potentiometrisch auf den Wendepunkt der Potentialkurve titriert werden.

Anmerkung: Es ist darauf zu achten, daß vor oder während der Titration keine Fällungen auftreten. Gegebenenfalls sind sie durch Wasser oder Lösemittel in Lösung zu bringen.

In gleicher Weise, jedoch ohne Probe, wird ein Blindversuch durchgeführt (Verbrauch b), bei dem Art und Menge der Lösemittel dem Hauptversuch entsprechen müssen.

Bei der Bestimmung der Verseifungszahl von niedrigrisierenden Lösemitteln ist darauf zu achten, daß beim Einwiegen und bei der Durchführung Verluste durch Verdunstung vermieden werden. Das kann z.B. durch Einwiegen 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.

Zitierte Normen

DIN 8120 Teil 1	Begriffe im Waagenbau; Gruppeneinteilung; Benennungen und Definitionen von Waagen
DIN 12 111	Prüfung von Glas; Gießverfahren zur Prüfung der Wasserbeständigkeit von Glas als Werkstoff bei 98 °C und Einteilung der Gläser in hydrolytische Klassen
DIN 12 700 Teil 1	Laborgeräte aus Glas; Büretten; Allgemeine Bestimmungen
DIN 19 260	pH-Messung; Allgemeine Begriffe
DIN 19 263	pH-Messung; Meßfertige Glaselektroden
DIN 19 264	pH-Messung; Bezugselektroden
DIN V 53 242 Teil 1	Rohstoffe für Lacke und Anstrichstoffe; Probenahme; Begriffe, Allgemeine Regeln
DIN 53 242 Teil 2	Rohstoffe für Anstrichstoffe; Probenahme; Flüssigkeiten
DIN 53 242 Teil 3	Rohstoffe für Anstrichstoffe; Probenahme; Hochviskose Stoffe
DIN 53 242 Teil 4	Rohstoffe für Anstrichstoffe; Pigmente; Probenahme; Feste Stoffe
DIN 55 945	Lacke, Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe; Begriffe
DIN 55 947	Anstrichstoffe und Kunststoffe; Gemeinsame Begriffe

Anmerkung: Vor der potentiometrischen Titration ist rasch auf Raumtemperatur abzukühlen oder eine Hochtemperatur-Elektrode zu verwenden. Langsame Potentialeinstellung, die das Ergebnis verfälscht, kann auf einer Verunreinigung von Oberfläche und Diaphragma oder allgemein auf einer Alterung der Glaselektrode beruhen. Die Glaselektrode muß daher gründlich gereinigt werden (Lösemittel, Säure, Wasser), oder sie muß durch eine neue Elektrode ersetzt werden.

9 Auswertung

Die Verseifungszahl wird nach folgender Gleichung berechnet:

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

Hierin bedeuten:

- a Verbrauch in ml an Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$, bei der Titration der Probe
- b Verbrauch in ml an Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$, beim Blindversuch
- E Masse, in g, der Probe
- 28,05 Faktor zur Umrechnung von ml Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$, in mg KOH

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) Bezeichnung des geprüften Erzeugnisses;
- b) einen Hinweis auf diese Norm;
- c) Verseifungszahl auf drei Ziffern, jedoch höchstens eine Dezimale gerundet (Einzelwerte, Mittelwert), mit Angabe, ob potentiometrisch oder gegen welchen Indikator titriert wurde;
- d) alle vereinbarten Einzelheiten und Abweichungen von dem festgelegten Verfahren;
- e) Prüfdatum.

11 Präzision des Verfahrens

Da die Präzision des Verfahrens zu stark von der Art der Probe abhängig ist, können keine allgemeinen Angaben gemacht werden.