

Bestimmung der Säurezahl

DIN
53 402

Determination of acid value

Détermination de l'indice d'acide

Zusammenhang mit der von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Internationalen Norm ISO 2114-1972, siehe Erläuterungen.

In dieser Norm bedeutet % bei Angaben 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 der Säurezahl von Harzen¹⁾, Ölen, Fetten, Fettsäuren, Lösungsmitteln²⁾, Weichmachern³⁾ und anderen technischen organischen Stoffen und Stoffgemischen. Sofern nichts anderes festgelegt (z. B. die unter Hinweise auf weitere Normen genannten Verfahren) oder vereinbart ist, soll dieses Verfahren angewendet werden. Das vorliegende Verfahren erfaßt Säureanhydride nur teilweise, so daß die ermittelte Säurezahl daher einer partiellen Säurezahl entspricht.

Das Verfahren ist nicht auf Substanzen anwendbar, die mit Alkali neben der Neutralisation weitere Reaktionen eingehen.

2. Begriff

Unter der Säurezahl (SZ) wird diejenige Menge Kaliumhydroxid in mg verstanden, die zur Neutralisation von 1 g Substanz unter den festgelegten Bedingungen erforderlich ist. Je nachdem, ob ein Verfahren die gesamte neutralisierbare Säure einschließlich der Säureanhydride erfaßt oder ob die Säureanhydride nur teilweise erfaßt werden, unterscheidet man zwischen Gesamtsäurezahl und partieller Säurezahl.

3. Probenahme

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

4. Anzahl der Bestimmungen

Die Säurezahl wird mindestens zweimal bestimmt.

5. Gerät

Erlenmeyerkolben, geeigneter Größe
50-cm³-Bürette, z. B. S 50 × 0,1 B DIN 12 701

Analysenwaage⁴⁾

Gegebenenfalls: Magnetrührer

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

6. Reagenzien

0,1 N KOH methanolisch oder äthanolisch, carbonatfrei⁵⁾

Lösungsmittel-Gemisch:

Sofern nichts anderes vereinbart oder festgelegt ist, wird ein Gemisch aus

2 Vol.-Teilen Toluol und

1 Vol.-Teil Äthanol

verwendet. Die Lösungsmittel sind vor Gebrauch gegen Phenolphthalein mit 0,1 N KOH zu neutralisieren.

Phenolphthaleinlösung, 1 %ig in Äthanol oder ein anderer geeigneter Indikator.

7. Durchführung

Die Einwaage der Probe richtet sich nach der zu erwartenden Säurezahl (Richtwerte siehe Tabelle). Sie soll so gewählt werden, daß der Verbrauch an Titriermittel im Bereich von etwa 10 bis 30 cm³ liegt.

Säurezahl mg KOH/g	Einwaage g
bis 10	10
über 10 bis 25	5
über 25 bis 50	2,5
über 50 bis 150	1
über 150	0,5

Die Probe wird auf 0,001 g in den Erlenmeyerkolben eingewogen (Einwaage *E*) und in 50 cm³ Lösungsmittel-Gemisch gelöst. Die Lösung wird gegebenenfalls auf Raumtemperatur abgekühlt.

Anmerkung: Menge und Art des Lösungsmittel-Gemisches richten sich nach der Löslichkeit der Substanz.

1) Begriff Harz siehe DIN 55 947

2) Begriff Lösungsmittel siehe DIN 55 945

3) Begriff Weichmacher siehe DIN 55 947

4) Begriff Analysenwaage siehe DIN 8120

5) Gegen Kaliumhydrogenphthalat eingestellt

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 2

Fachnormenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe im Deutschen Normenausschuß (DNA)

Fachnormenausschuß Kunststoffe im DNA
Fachnormenausschuß Materialprüfung im DNA



Documents

Document Sharing Hub

Bei schwerlöslichen Substanzen kann die Lösungsmittelmenge bis auf das Dreifache erhöht werden oder es können bis zu 25 cm³ Aceton zugegeben werden. Menge und Art des Lösungsmittels sind im Blindversuch zu berücksichtigen.

Die Lösung wird nach Zugabe von 2 bis 3 Tropfen Phenolphthalein-Lösung mit 0,1 N alkoholischer KOH rasch titriert, bis die auftretende Rotfärbung mindestens 10 Sekunden lang bestehen bleibt (Verbrauch *a*). Es darf auch potentiometrisch titriert werden.

Ergibt sich beim potentiometrischen Titrieren kein Potentialsprung, so ist die Angabe einer Säurezahl nach dieser Norm nicht möglich.

Während der Titration ist darauf zu achten, daß keine Fällungen auftreten. Gegebenenfalls sind sie durch Zugabe von etwas Lösungsmittel wieder in Lösung zu bringen. Bei Schiedsanalysen wird in gleicher Weise ein Blindversuch durchgeführt (Verbrauch *b*).

Anmerkung: Bei manchen Substanzen, wie z. B. bei bestimmten ungesättigten Polyesterharzen, zeigt Phenolphthalein keinen einwandfreien Umschlag nach Rot. In solchen Fällen kann dann ein anderer geeigneter Indikator verwendet werden. In allen Zweifelsfällen ist der potentiometrischen Titration der Vorzug zu geben, insbesondere bei gefärbten Lösungen. Für die potentiometrische Titration dürfen keine Glaselektroden mit schleppender Potentialeinstellung benutzt werden. Bei einer zu langsamen Einstellung des Potentials durchläuft die Elektrode keine Gleichgewichts-Zustände, so daß die Ergebnisse verfälscht werden.

Hinweise auf weitere Normen

Prüfung von Ölsamen und Ölfrüchten; Bestimmung des Gehaltes an freien Fettsäuren siehe DIN 10 264

Prüfung von Schmierstoffen; Bestimmung der Neutralisationszahl siehe DIN 51 558

Prüfung von Schmierfetten; Bestimmung der Neutralisationszahl von Schmierfetten; Farbindikator-Titration siehe DIN 51 809

Prüfung von Latex; Bestimmung der KOH-Zahl von Naturkautschuklatex siehe DIN 53 566

8. Auswertung

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

$$\text{Säurezahl} = \frac{(a - b) \cdot 5,61}{E}$$

Hierin bedeuten:

a Verbrauch in cm³ an 0,1 N KOH im Hauptversuch

b Verbrauch in cm³ an 0,1 N KOH im Blindversuch

E Einwaage in g

9. Prüffehler

(nach DIN 51 848 Blatt 1)

Wiederholbarkeit: 3 %

Vergleichbarkeit: 5 %

10. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Bezeichnung des zu prüfenden Erzeugnisses

Säurezahl in mg KOH/g, auf drei wertanzeigende

Ziffern, jedoch höchstens eine Dezimale gerundet, unter Angabe, ob potentiometrisch titriert bzw. welcher Indikator benutzt wurde

Einzelwerte

Mittelwert

Von dieser Norm abweichende Prüfbedingungen

Prüfdatum.

Erläuterungen

Die vorliegende Norm wurde von den Arbeitsausschüssen 2 „Bindemittel aus Naturstoffen“ 3 „Synthetische Bindemittel“ und 5 „Lösungs- und Verdünnungsmittel“ des Fachnormenausschusses Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsmittel im DNA gemeinsam ausgearbeitet. Außerdem haben der FNK/FNM-Arbeitsausschuß 4.1 „Analyseverfahren“ und der FNK/FA-Arbeitsausschuß 13 „Kunststoff-Hilfsstoffe (Weichmacher)“ dieser Norm zugestimmt.

Die Norm stimmt sachlich überein mit der Internationalen Norm ISO 2114-1972 — „Plastics. Unsaturated polyester resins. Determination of acid value“ — „Matières plastiques. Résines des polyesters non saturés. Détermination de l'indice d'acide“ — „Kunststoffe. Ungesättigte Polyesterharze. Bestimmung der Säurezahl“ mit der Ausnahme, daß nach der Internationalen Norm mit äthanolischer KOH titriert und als Farbindikator Thymolblau verwendet wird.

Sie soll die zur Zeit noch in verschiedenen Normen beschriebenen Verfahren zur Bestimmung der Säurezahl durch ein Verfahren ersetzen und damit zu einer Vereinfachung der Arbeiten in chemischen Laboratorien und zu einer Vergleichbarkeit der Ergebnisse führen.

Das angegebene Verfahren stützt sich auf die in verschiedenen Normen bereits beschriebene Arbeitsweise. Wie im Abschnitt 2 „Begriff“ dargelegt wird, erfaßt das vorliegende Verfahren gegebenenfalls vorhandene Säureanhydride nur zur Hälfte. In solchen Fällen wird daher nur die partielle Säurezahl des Produktes ermittelt. Da dieses Verfahren in der Praxis allgemein üblich ist, wurde es trotz dieser Einschränkung zur Normung vorgeschlagen.

Die Größe der Einwaage der zu prüfenden Substanz richtet sich nach der zu erwartenden Säurezahl. Für sehr große bzw. sehr kleine Säurezahlen kann es zweckmäßig sein, außer der Einwaage auch die Normalität der Kalilauge den Gegebenheiten anzupassen. Dies ist möglich, muß aber im Prüfbericht dann als von der Norm abweichende Prüfbedingung erwähnt werden. Zur besseren Erkennung des Umschlages kann es in manchen Fällen zweckmäßig sein, einen anderen Indikator als Phenolphthalein zu verwenden. Bei einem anderen Indikator ist jedoch dessen Umschlagsbereich zu berücksichtigen. Andere geeignete Indikatoren sind z. B. Bromthymolblau, Alkaliblauf 6 B, Thymolphthalein oder eine Mischung aus Phenolphthalein/Thymolblau 1 : 1. Methanolische KOH besitzt in der Regel eine bessere Titerbeständigkeit als äthanolische KOH. Die äthanolische KOH neigt leichter zur Zersetzung unter Braunfärbung.