

Bestimmung der wasserlöslichen Sulfate, Chloride und Nitrate durch Ionenchromatographie

DIN
55609

ICS 87.060.10

Pigments and extenders —

Determination of water soluble sulfates, chlorides and nitrates with ion chromatography

Peintures et vernis —

Dosage des sulfates, chlorides et nitrates en phase liquide par chromatographie des ions

Vorwort

Diese Norm wurde vom NPF-Arbeitsausschuß 10 „Prüfverfahren und Kennwerte für Pigmente“ ausgearbeitet.

In dieser Norm bedeutet % bei Angaben von Gehalten Massenanteil in Prozent.

Anhang A ist informativ.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein allgemeines Prüfverfahren zur Bestimmung der wasserlöslichen Sulfate, Chloride und Nitrate in Pigmenten fest. Meßbereich: 0,001 % bis 1 %.

Die in einem Ringversuch ermittelten Angaben zur Präzision sind in Anhang A (informativ) wiedergegeben.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 12664-1

Laborgeräte aus Glas — Meßkolben mit einer Marke — Meßkolben mit Bördelrand, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung

DIN 12691

Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS

DIN 12700-3

Laborgeräte aus Glas — Büretten — Büretten mit seitlichem Hahn

DIN 38402-42

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Ringversuche, Auswertung (A 42)

DIN V 53242-1

Rohstoffe für Lacke und Anstrichstoffe — Probenahme — Begriffe, Allgemeine Regeln

DIN 53242-4

Rohstoffe für Anstrichstoffe, Pigmente — Probenahme — Feste Stoffe

DIN EN ISO 787-3 : 1995-04

Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe — Teil 3: Bestimmung der wasserlöslichen Anteile, Heißextraktionsverfahren (ISO 787-3 : 1979); Deutsche Fassung EN ISO 787-3 : 1995

DIN EN ISO 787-8 : 1995-04

Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe — Teil 8: Bestimmung der wasserlöslichen Anteile, Kaltextraktionsverfahren (ISO 787-8 : 1979); Deutsche Fassung EN ISO 787-8 : 1995

3 Grundlage des Verfahrens

Die im Extrakt nach DIN EN ISO 787-3 oder DIN EN ISO 787-8 vorhandenen Sulfat-, Chlorid- und Nitrationen werden flüssigkeitschromatographisch mit Hilfe einer Trennsäule getrennt. Als stationäre Phase dient in der Regel ein Anionenaustauscher niedriger Kapazität. Als mobile Phase (Eluent) kommen grundsätzlich wäßrige Lösungen von Salzen schwacher ein- oder zweibasiger Säuren in Frage. Die Detektion kann mit verschiedenen physikalischen Verfahren erfolgen. Üblicherweise werden Leitfähigkeitsdetektoren verwendet; teilweise auch mit Suppressoren (Kationenaustauscher), die die Leitfähigkeit des Eluenten erniedrigen und die Probenspezies in ihre korrespondierenden Säuren umwandeln. Für die Detektion von Nitrationen kann ein photometrischer UV-Detektor eingesetzt werden.

4 Probenahme

Für die Vorbereitung der Probe nach Abschnitt 6 und die Prüfung nach Abschnitt 9 wird nach DIN V 53242-1 und DIN 53242-4 eine Probe entnommen, die für mindestens zwei Bestimmungen reicht.

5 Anzahl der Analysen

Die Vorbereitung der Probe nach Abschnitt 6 und die Prüfung nach Abschnitt 9 werden mindestens zweifach durchgeführt.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Normenausschuß Pigmente und Füllstoffe (NPF) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

6 Vorbereitung der Probe

6.1 Heiextraktionsverfahren

Die Probe wird, wie in Abschnitt 6 von DIN EN ISO 787-3 : 1995-04 festgelegt, vorbereitet. Das erhaltene klare Filtrat wird fr die Prfung nach Abschnitt 9 verwendet.

6.2 Kaltextraktionsverfahren

Die Probe wird, wie in Abschnitt 6 von DIN EN ISO 787-8 : 1995-04 festgelegt, vorbereitet. Das erhaltene klare Filtrat wird fr die Prfung nach Abschnitt 9 verwendet.

7 Gerte

bliche Laborgerte zusammen mit:

7.1 Ionenchromatographie-System mit

- Eluentenreservoir
- pulsationsarmer Pumpe
- Probenaufgabesystem
- Vorsule
- Trennsule
- Leitfhigkeitsdetektor, mit oder ohne Suppressor
- UV-Detektor, photometrisch
- Registriereinheit

7.2 Mekolben, 100 ml, 1 000 ml und 5 000 ml, nach DIN 12664-1.

7.3 Vollpipetten, 10 ml, nach DIN 12691.

7.4 Saugkolbenpipette, 1 ml.

7.5 Brette, 10 ml, nach DIN 12700-3.

7.6 Analysenwaage, mit der auf 0,1 mg genau gewogen werden kann.

8 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien des Reinheitsgrades „zur Analyse“ und Wasser mit einer elektrischen Leitfhigkeit von $< 0,1 \mu\text{S}/\text{cm}$ zu verwenden.

8.1 Natriumhydrogencarbonat

8.2 Natriumcarbonat

8.3 Kaliumhydrogenphthalat

8.4 Natriumsulfat, wasserfrei.

8.5 Natriumchlorid

8.6 Natriumnitrat

8.7 Eluenten

In Abhngigkeit von Trennsule und Detektor werden verschiedene Eluenten verwendet. Sie mssen mit entgas-tem Wasser angesetzt werden. Whrend des Betriebes ist eine erneute Gasaufnahme zu vermeiden (z. B. durch Helium-berlagerung). Dunkel gelagert sind die Eluenten im allgemeinen mehrere Wochen haltbar.

Die genaue Zusammensetzung der Eluenten ist den Angaben des Sulenherstellers zu entnehmen.

Es werden zunchst Eluentkonzentrate angesetzt, aus denen die Eluenten durch Verdnnen mit Wasser im Verhltnis 1 : 100 hergestellt werden.

Bei Anwenden der Suppressor-Technik wird z. B. eine Salzlsung von Natriumcarbonat/Natriumhydrogencarbonat und bei der Ionenchromatographie-Technik ohne Suppressoreinrichtung z. B. eine Salzlsung von Kaliumhydrogenphthalat eingesetzt.

8.8 Anionen-Stammlsungen

ANMERKUNG: Die Lsungen nach 8.8.1 bis 8.8.3 sind mehrere Monate haltbar.

8.8.1 Sulfat-Stammlsung, $\beta(\text{SO}_4^{2-}) = 1\,000 \text{ mg/L}$.

1,478 7 g Natriumsulfat (8.4) werden in einem 1-l-Mekolben in Wasser gelst, anschlieend mit Wasser bis zur Marke aufgefllt und gut geschttelt.

8.8.2 Chlorid-Stammlsung, $\beta(\text{Cl}^-) = 1\,000 \text{ mg/L}$.

1,648 5 g Natriumchlorid (8.5) werden in einem 1-l-Mekolben in Wasser gelst, anschlieend mit Wasser bis zur Marke aufgefllt und gut geschttelt.

8.8.3 Nitrat-Stammlsung, $\beta(\text{NO}_3^-) = 1\,000 \text{ mg/L}$.

1,370 8 g Natriumnitrat (8.6) werden in einem 1-l-Mekolben in Wasser gelst, anschlieend mit Wasser bis zur Marke aufgefllt und gut geschttelt.

8.9 Anionen-Kalibrierlsungen

Entsprechend der zu erwartenden Anionenkonzentration werden aus den Stammlsungen 10, mindestens jedoch 5 Kalibrierlsungen hergestellt, die den zu erwartenden Arbeitsbereich mglichst gleichmig abdecken.

Beim Herstellen der Kalibrierlsungen werden in eine Reihe von 100-ml-Mekolben die entsprechenden Volumen der Stammlsungen pipettiert. Anschlieend werden die Kolben bis zur Marke mit Wasser aufgefllt, 1 ml Eluentenkonzentrat zugegeben und gut geschttelt.

Die Kalibrierlsungen mssen fr jeden Metag neu hergestellt werden.

ANMERKUNG: Durch den Zusatz von 1 ml Eluentenkonzentrat erniedrigt sich die Konzentration der Kalibrierlsung. Die Abweichung wird jedoch durch die Gleichbehandlung der Proben wieder ausgeglichen.

8.10 Blindwertlsung

Ein 100-ml-Mekolben wird mit Wasser bis zur Marke gefllt. Anschlieend wird 1 ml Eluentenkonzentrat zugegeben und gut geschttelt.

9 Durchfhrung

Die Inbetriebnahme des Ionenchromatographen erfolgt nach den Angaben des Gerteherstellers. Die Betriebsbereitschaft ist hergestellt, wenn die Basislinie stabil ist.

9.1 Kalibrierung

Das Identifizieren der Anionen erfolgt durch den Vergleich der Retentionszeiten der Probe mit denjenigen der Kalibrierlsungen. Dabei ist zu beachten, da die Retentionszeiten konzentrations- und matrixabhngig sein knnen. Die Gre des Signals (Peak) ist der Konzentration des Anions proportional.