

	Trockenstoffe für Beschichtungsstoffe Bestimmung des Metallgehaltes von Mehrmetall-Trockenstoffen	DIN 55901
--	--	---------------------------------------

ICS 87.060.99

Driers for paints and varnishes – Methods for determination of metal contents of mixed driers

Siccatis pour peintures et vernis – Méthodes de détermination des teneurs en métal pour siccatis mixtes

Mit DIN ISO 4619:2002-04
Ersatz für
DIN 55901:1988-03

Vorwort

Diese Norm wurde vom NAB-Arbeitsausschuss 2 „Lackrohstoffe“ ausgearbeitet.

DIN ISO 4619:2002-04, „Trockenstoffe für Beschichtungsstoffe“ (ISO 4619:1998), gibt im Abschnitt 10 für die Bestimmung des Metallgehaltes von Mehrmetall-Trockenstoffen lediglich den Hinweis, dass die entsprechenden Prüfverfahren zwischen den Vertragspartnern zu vereinbaren sind. Mögliche Prüfverfahren sind in dieser Norm aufgeführt. Es ist vorgesehen, diese Prüfverfahren bei einer Überarbeitung von ISO 4619:1998 einzubringen.

Änderungen

Gegenüber DIN 55901:1988-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Festlegungen für Einmetall-Trockenstoffe wurden in DIN ISO 4619 übernommen.
- b) DIN 55901 legt nur noch Verfahren zur Bestimmung des Metallgehaltes von Mehrmetall-Trockenstoffen fest, die in DIN ISO 4619 nicht enthalten sind.
- c) Die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 55901: 1954-05, 1968-04, 1988-03

DIN ISO 4619: 1982-09

Fortsetzung Seite 2 bis 7

Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)
im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für alle Naphthenate, Octoate sowie ähnlich aufgebaute Metallseifen (Metallsalze organischer Säuren). Sie gilt für Mehrmetall-Trockenstoffe mit folgenden Metallkombinationen:

Kobalt-Blei-Mangan

Kobalt-Blei

Blei-Mangan

Kobalt-Blei-Calcium

Kobalt-Barium-Zink

Kobalt-Barium-Zirkonium

Kobalt-Zirkonium

Kobalt-Mangan

Für Mehrmetall-Trockenstoffe mit anderen Metallkombinationen sind die Analysenverfahren zu vereinbaren.

Andere Verfahren, die die quantitative Bestimmung der Metallgehalte erlauben, z. B. das Verfahren der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS-Verfahren), sind zulässig. Es wird jedoch darauf hingewiesen, dass Abweichungen vom wahren Metallgehalt in Abhängigkeit vom Verdünnungsgrad bei der Herstellung der zu analysierenden Proben auftreten können.

2 Reagenzien

Für die Analyse sind nur Reagenzien mit dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ und destilliertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit zu verwenden.

2.1 Salpetersäure, konzentriert (rauchend), 100 % (Massenanteil)

2.2 Schwefelsäure, konzentriert, 98 % (Massenanteil)

2.3 Harnstoff

2.4 Natriumhydroxid, in Plätzchen

2.5 Salzsäure, konzentriert in Wasser

2.6 Ammoniaklösung, etwa 25 % (Massenanteil) in Wasser

2.7 Ammoniumchlorid

2.8 Ammoniumperoxodisulfat

2.9 Ammoniumoxalat

2.10 Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 1 \text{ mol/l}$

In einen 1000-ml-Messkolben etwa 800 ml Wasser vorlegen, darin 100 g konzentrierte Schwefelsäure lösen und die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

3 Aufarbeitung (Aufschluss der Probe)

Die Probe des Mehrmetall-Trockenstoffes mit einem Gemisch aus 1 Volumenteil Salpetersäure (2.1) und 1 Volumenteil Schwefelsäure (2.2) abrauchen, bis die organische Substanz völlig zerstört ist. Gegebenenfalls vorhandene Nitrosylschwefelsäure durch Zugabe einer Spatelspitze Harnstoff (2.3) zerstören. Es resultiert eine stark schwefelsaure Lösung der im Mehrmetall-Trockenstoff enthaltenen Metalle.

4 Kobalt-Blei-Mangan

4.1 Prinzip

In der nach Abschnitt 3 erhaltenen schwefelsauren Lösung werden die Metalle in der Reihenfolge Blei – Kobalt – Mangan gravimetrisch bestimmt.

4.2 Einwaage

Folgende Einwaagen sollten vorzugsweise gewählt werden:

- für konzentrierte Trockenstoffe (1,5 % Co/22,0 % Pb/1,5 % Mn): 2,5 g;
- für verdünnte Trockenstoffe (0,75 % Co/11,0 % Pb/0,75 % Mn): 4,0 g.

4.3 Durchführung und Auswertung

4.3.1 Blei

Die nach Abschnitt 3 hergestellte Probenlösung in einen 600-ml-Becher mit etwa 250 ml Wasser verdünnen, kurz aufkochen und anschließend im Wasserbad abkühlen. Nach Absetzen des Bleisulfat-Niederschlags diesen über einen Porzellanfiltertiegel 1A3¹⁾ abfiltrieren und mit kaltem Wasser sulfatfrei waschen. Den Niederschlag im Tiegel danach in einem Wärmeschrank bei 150 °C trocknen und anschließend 10 min bis 15 min bei 400 °C glühen. Es empfiehlt sich, den Porzellanfiltertiegel in einen gewöhnlichen Porzellantiegel zu stellen.

Der Bleigehalt wird als Massenanteil $w(\text{Pb})$, in Prozent, nach Gleichung (1) berechnet:

$$w(\text{Pb}) = \frac{m_2 \times 0,6833}{m_1} \times 100 = \frac{m_2}{m_1} \times 68,33 \quad (1)$$

Dabei ist

m_1 die Masse, in Gramm, der Probe;

m_2 die Masse, in Gramm, Bleisulfat.

4.3.2 Kobalt

Das Filtrat der Blei-Bestimmung (siehe 4.3.1) in einen 600-ml-Becher zurückgeben und mit etwa 100 ml Ammoniaklösung (2.6) ammoniakalisch einstellen. Außerdem noch 2 bis 3 Spatellöffel Ammoniumchlorid (2.7) hinzufügen. Diese Lösung bei 60 °C und 3 A bis 4 A elektrolysieren. Das Kobalt scheidet sich an der Platinkathode ab und wird aus der Massendifferenz bestimmt.

Der Kobaltgehalt wird als Massenanteil $w(\text{Co})$, in Prozent, nach Gleichung (2) berechnet:

$$w(\text{Co}) = \frac{m_3 - m_4}{m_1} \times 100 \quad (2)$$

Dabei ist

m_1 die Masse, in Gramm, der Probe;

m_3 die Masse, in Gramm, der mit Kobalt belegten Platinkathode;

m_4 die Masse, in Gramm, der reinen unbelegten Platinkathode.

4.3.3 Mangan

Die kobaltfreie, ammoniakalische Lösung (siehe 4.3.2) mit 3 Spatellöffeln Ammoniumperoxodisulfat (2.8) versetzen, zum Sieden erhitzen und etwa 15 min bei Siedehitze halten. Dabei fällt Manganoxidhydrat in braunen Flocken aus. Diese absetzen lassen und über ein mitteldichtes Filter filtrieren. Den Niederschlag auf dem Filter mit 1 l heißem Wasser waschen und anschließend, nach Trocknen des Filters bei 105 °C, in einem Porzellantiegel veraschen.

Der Mangangehalt wird als Massenanteil $w(\text{Mn})$, in Prozent, nach Gleichung (3) berechnet:

$$w(\text{Mn}) = \frac{m_5 \times 0,7203}{m_1} \times 100 = \frac{m_5}{m_1} \times 72,03 \quad (3)$$

1) Über Bezugsquellen gibt Auskunft: Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin