

Pigmente
Zinkweiß (Zinkoxid)
Analyseverfahren

DIN
55908

Ersatz für
DIN 55908-2 : 1982-02

ICS 87.060.10

Deskriptoren: Pigment, Zinkweiß, Zinkoxid, Analyse, Verfahren

Pigments – Zinc oxide pigments – Methods of analysis

Pigments – Pigments d'oxyde de zinc – Méthodes d'analyse

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	2	13 Bestimmung der	
		bei 105 °C flüchtigen Anteile	9
1 Anwendungsbereich	2	14 Bestimmung des Siebrückstandes	9
2 Normative Verweisungen	2	14.1 Bestimmung des Siebrückstandes mit	
3 Bezeichnung des Verfahrens	3	Wasser als Spülflüssigkeit mit dem	
4 Probenahme	3	Mocker-Gerät	9
5 Anzahl der Analysen	3	14.2 Bestimmung des Siebrückstandes mit	
6 Bestimmung des Zinkoxidgehaltes	4	Wasser als Spülflüssigkeit, Handverfahren	9
7 Bestimmung des Blei-, Cadmium-,		15 Bestimmung der Ölzahl	9
Eisen-, Kupfer- und Mangangehaltes	5	16 Bestimmung der Alkalität oder Acidität ..	9
8 Bestimmung des Gehaltes an		17 Bestimmung des pH-Wertes	9
wasserlöslichen Chloriden	7	18 Bestimmung der spezifischen Oberfläche	
9 Bestimmung des Schwefelgehaltes		durch Gasadsorption	9
(Gesamtschwefel)	7	19 Bestimmung der Helligkeit bzw. des	
10 Bestimmung des Gehaltes an		Weißgrades	9
wasserlöslichen Anteilen	8	20 Bestimmung der salzsäureunlöslichen	
11 Bestimmung der elektrischen		Anteile	10
Leitfähigkeit des wäßrigen Extraktes	8	21 Prüfbericht	10
12 Bestimmung des Glühverlustes	8	Anhang A (informativ) Erläuterungen	11

Fortsetzung Seite 2 bis 11

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

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom NPF-Arbeitsausschuß 10 "Prüfverfahren und Kennwerte für Pigmente" aufgestellt.

In dieser Norm bedeutet Prozent (%) bei Angabe von Gehalten Massenanteil in Prozent. Falls nichts anderes angegeben wird, gilt für Reagenzien der Reinheitsgrad "zur Analyse". Reagenzlösungen ohne Angabe des Lösemittels sind Lösungen in destilliertem Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit. Bei analytischen Arbeitsgängen bedeutet Wasser destilliertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit.

Anhang A ist informativ.

Änderungen

Gegenüber DIN 55908-2 : 1982-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Neufassung der Zinkoxidbestimmung.
- b) Blei-, Cadmium-, Eisen-, Kupfer- und Manganbestimmung durch Atomabsorptionsspektrometrie.
- c) Bestimmung des Gehaltes an wasserlöslichen Chloriden, der elektrischen Leitfähigkeit, des Gehaltes an bei 105 °C flüchtigen Anteilen, des Siebrückstandes, der Ölzahl, der Alkalität oder Acidität, des pH-Wertes, der Helligkeit und der säureunlöslichen Anteile nach dem aktuellen Stand des Deutschen Normenwerkes überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 55908: 1956-06
DIN 55908-2: 1982-02

1 Anwendungsbereich

Die in dieser Norm festgelegten Analysenverfahren dienen zur Bestimmung des Zinkoxidgehaltes, der spurenweise enthaltenen fremden Kationen und Anionen sowie etwaiger Verunreinigungen und sonstiger anwendungstechnisch wichtiger Merkmale in Zinkweiß, das auf indirektem pyrogenen Wege aus metallischem Zink hergestellt wird (französisches Verfahren). Charakteristisch für Zinkweiß ist der Zinkoxidgehalt von mindestens 99 %.

Gleichfalls nach den in dieser Norm festgelegten Analysenverfahren können die folgenden bleiarmeren Zinkoxid-Sorten untersucht werden:

- Zinkoxide nach dem direkten pyrogenen Verfahren (amerikanisches Verfahren). Diese werden durch direkte Reduktion aus Erzen bzw. Konzentraten oder sonstigen zinkischen Rohstoffen mittels Kohlenstoff hergestellt, wobei der entstandene Zinkdampf direkt im gleichen Reaktionsraum ohne Umweg über das Metall zu Zinkoxid oxidiert wird.
- Naßchemisch hergestellte Zinkoxide. Hierbei wird aus zinkhaltigen Lösungen Zink, z. B. als Carbonat, gefällt und dieses durch einen Calcinierungsprozeß zu Zinkoxid umgewandelt.

Nach Vereinbarung können für die vorgenannten Zinkoxide zusätzliche Bestimmungsverfahren durchgeführt werden.

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 12690

Laborgeräte aus Glas – Vollpipetten mit einer Marke, Klasse A und Klasse B

DIN 12700-1

Laborgeräte aus Glas – Büretten – Allgemeine Bestimmungen

DIN 12904

Laborgeräte aus Hartporzellan – Tiegel und Tiegeldeckel

DIN 51401-2

Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) – Aufbau von Atomabsorptionsspektrometern

- DIN 53135
Filtrierpapiere für chemische Analysen – Einteilung, Bezeichnung, Haupteigenschaften, Prüfverfahren
- DIN 53163
Prüfung von Pigmenten und Füllstoffen – Bestimmung der Helligkeit von Füllstoff- und Weißpigmentpulvern
- DIN 53195
Prüfung von Pigmenten – Bestimmung des Siebrückstandes mit Wasser als Spülflüssigkeit (Handverfahren)
- DIN V 53242-1
Rohstoffe für Lacke und Anstrichstoffe – Probenahme – Begriffe, Allgemeine Regeln
- DIN 53242-4
Rohstoffe für Anstrichstoffe – Pigmente – Probenahme – Feste Stoffe
- DIN 66131
Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Feststoffen durch Gasadsorption nach Brunauer, Emmett und Teller (BET)
- DIN 66132
Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Feststoffen durch Stickstoffadsorption – Einpunkt-Differenzverfahren nach Haul und Dümbgen
- DIN EN ISO 787-2
Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe – Teil 2: Bestimmung der bei 105 °C flüchtigen Anteile (ISO 787-2 : 1981); Deutsche Fassung EN ISO 787-2 : 1995
- DIN EN ISO 787-5
Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe – Teil 5: Bestimmung der Ölzahl (ISO 787-5 : 1980); Deutsche Fassung EN ISO 787-5 : 1995
- DIN EN ISO 787-8
Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe – Teil 8: Bestimmung der wasserlöslichen Anteile – Kaltextraktionsverfahren (ISO 787-8 : 1979); Deutsche Fassung EN ISO 787-8 : 1995
- DIN EN ISO 787-9
Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe – Teil 9: Bestimmung des pH-Wertes einer wässrigen Suspension (ISO 787-9 : 1981); Deutsche Fassung EN ISO 787-9 : 1995
- DIN EN ISO 787-18
Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe – Teil 18: Bestimmung des Siebrückstandes – Mechanisches Spülverfahren (ISO 787-18 : 1983); Deutsche Fassung EN ISO 787-18 : 1995
- DIN ISO 787-4
Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe – Teil 4: Bestimmung der Alkalität und Acidität des wässrigen Extraktes (Identisch mit ISO 787-4 : 1981)
- DIN ISO 787-13
Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe – Teil 13: Bestimmung der wasserlöslichen Sulfate, Chloride und Nitrate (Identisch mit ISO 787-13 : 1973)
- DIN ISO 787-14
Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe – Teil 14: Bestimmung des spezifischen Widerstandes des wässrigen Extraktes (Identisch mit ISO 787-14 : 1973)

3 Bezeichnung des Verfahrens

Bezeichnung des Verfahrens zur Analyse von Zinkweiß (ZW):

Prüfung DIN 55908 – ZW

4 Probenahme

Für die Bestimmungen nach den Abschnitten 6 bis 20 eine Durchschnittsprobe von 300 g bis 400 g nach DIN V 53242-1 und DIN 53242-4 nehmen.

5 Anzahl der Analysen

Die Bestimmungen nach den Abschnitten 6 bis 20 mindestens zweimal durchführen.

6 Bestimmung des Zinkoxidgehaltes

6.1 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Zinkweiß wird in Salpetersäure gelöst und mit Ammoniak von fällbaren Metallen befreit. Danach wird der Zinkoxidgehalt komplexometrisch mit Dinatriumethyldiamintetraacetat unter Verwendung von Xylenolorange als Indikator bestimmt.

6.2 Geräte

Übliche Laborgeräte zusammen mit:

6.2.1 Meßkolben, 100 ml, 250 ml, 1000 ml, nach DIN 12664-1.

6.2.2 Vollpipette, 50 ml, nach DIN 12690.

6.2.3 Bürette, 25 ml, nach DIN 12700-1.

6.2.4 Meßzylinder, 10 ml, 100 ml, 250 ml.

6.2.5 Becherglas, 600 ml.

6.2.6 Erlenmeyerkolben, 250 ml.

6.2.7 Faltenfilter, Weißband, nach DIN 53135.

6.2.8 Glastrichter.

6.2.9 Analysenwaage, Wägebereich bis 250 g, mit der auf 0,000 1 g gewogen werden kann.

6.3 Reagenzien

6.3.1 Salpetersäure, $w(\text{HNO}_3) = 65\%$ ($\rho = 1,40\text{ g/ml}$).

6.3.2 Salzsäure, verdünnt, $w(\text{HCl}) = 20\%$ ($\rho = 1,10\text{ g/ml}$).

6.3.3 Ammoniaklösung, $w(\text{NH}_3) = 25\%$ ($\rho = 0,91\text{ g/ml}$).

6.3.4 Wasserstoffperoxid-Lösung, $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 3\%$.

6.3.5 Ammoniumchlorid-Lösung

250 g Ammoniumchlorid werden in einem 1000-ml-Meßkolben (6.2.1) in Wasser gelöst und auf 1000 ml aufgefüllt.

6.3.6 Eisen(III)-sulfat-Lösung

86 g Ammoniumeisen(III)-sulfat werden unter Zusatz von etwas Schwefelsäure in einem 1000-ml-Meßkolben (6.2.1) in Wasser gelöst und auf 1000 ml aufgefüllt.

6.3.7 Maskierende Pufferlösung

30 g Ammoniumfluorid, 100 g Ammoniumthiosulfat und 250 g Ammoniumacetat werden in einem 1000-ml-Meßkolben (6.2.1) in Wasser gelöst und auf 1000 ml aufgefüllt.

6.3.8 Bromthymolblau-Lösung

0,1 g Bromthymolblau werden in 100 ml Ethanol gelöst.

6.3.9 Xylenolorange-Lösung

0,2 g Xylenolorange-Tetranatriumsalz werden in 100 ml Wasser gelöst.

6.3.10 Ethyldiamintetraessigsäure-Dinatriumsalz-Dihydrat (EDTA-Maßlösung, $c(\text{EDTA}) = 0,1\text{ mol/l}$)

37,225 g EDTA-Dinatriumsalz werden in einem 1000-ml-Meßkolben (6.2.1) in Wasser gelöst und auf 1000 ml aufgefüllt. 1 ml dieser Maßlösung entspricht 0,006537 g Zn oder 0,008138 g ZnO.

6.4 Durchführung

($1,0 \pm 0,001$) g Zinkweiß in einen 250-ml-Meßkolben (6.2.1) einwiegen, mit etwas Wasser aufschlämmen und mit etwa 5 ml Salpetersäure (6.3.1) lösen. 10 ml Eisen(III)sulfat-Lösung (6.3.6) hinzufügen. Die Lösung umschütteln und der Reihe nach 5 ml Wasserstoffperoxid-Lösung (6.3.4), 60 ml Ammoniumchlorid-Lösung (6.3.5) und 30 ml Ammoniaklösung (6.3.3) zufügen.