

DIN 55957

ICS 87.060.20

Ersatz für
DIN 55957:2000-05
Siehe Anwendungsbeginn

**Bindemittel für Beschichtungsstoffe –
Methylierung und Silylierung von Fettsäuren und gaschromatographische
Analyse**

Binders for paints and varnishes –
Methylation and silylation of fatty acids and analysis by gas chromatography

Liants pour peintures et vernis –
Méthylation et silylation d'acides gras et analyse par chromatographie en phase gazeuse

Gesamtumfang 16 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Anwendungsbeginn

Anwendungsbeginn dieser Norm ist 2016-08-01.

Für DIN 55957:2000-05 besteht eine Übergangsfrist bis 2017-01-31.

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Probenahme	4
4 Methylierung von Fettsäuren.....	5
5 Silylierung von Fettsäuren	7
6 Gaschromatographische Analyse	8
7 Präzision des Verfahrens.....	11
8 Prüfbericht.....	12
Anhang A (informativ) Beispielchromatogramme.....	13
Literaturhinweise.....	16

Vorwort

Diese Norm enthält in 4.2 sicherheitstechnische Festlegungen.

Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitsausschuss NA 002-00-02 AA „Lackrohstoffe“ des DIN-Normenausschusses Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN [und/oder die DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

In dieser Norm bedeutet % 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.

Änderungen

Gegenüber DIN 55957:2000-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Konzentration der für das Veresterungsverfahren verwendeten Schwefelsäure wurde von konzentrierter in 50%ige Schwefelsäure geändert;
- b) die Durchführung der Verseifung wurde überarbeitet;
- c) die Injektortemperatur des Gaschromatographen wurde von min. 260 °C in min. 250 °C geändert;
- d) die GC-Detektion wurde dem aktuellen Stand der Technik angepasst;
- e) eine Angabe zur Archivierung der Rohdaten wurde aufgenommen;
- f) die Norm wurde redaktionell überarbeitet;
- g) die normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

Frühere Ausgaben

DIN 53782: 1980-01

DIN 55957: 1983-10, 2000-05

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren fest für die gaschromatographische Trennung und Bestimmung von Fettsäuren in Ölen über die daraus hergestellten Gemische der Fettsäuremethylester oder -silylester. Dabei sollen insbesondere die Fettsäuren nach der Anzahl ihrer Kohlenstoffatome (vorzugsweise 14 bis 18) und jeweils nach der Anzahl der Doppelbindungen (bis zu 3) getrennt werden. Es können auch Diene mit konjugierten Doppelbindungen bestimmt werden, wie sie durch Dehydratisierung von Rizinolsäure oder durch Isomerisierung isolierter Diene entstehen.

Diese Norm gilt für die Bestimmung einzelner Fettsäuren oder Fettsäuregruppen im Rahmen von Technischen Lieferbedingungen, in denen entsprechende Anforderungen festgelegt sind. Sie kann auch zum Bestimmen der Zusammensetzung von Fettsäuregemischen angewendet werden, die aus Alkydharzen isoliert wurden.

ANMERKUNG Alkydharzen isolierte Fettsäuren brauchen nicht mit den Säuren oder Ölen identisch zu sein, von denen bei der Herstellung der Alkydharze ausgegangen wurde.

Diese Norm gilt nicht für Rizinolsäure oder Gemische, die konjugierte Triene (z. B. Elaeostearinsäure) oder höher ungesättigte Fettsäuren (z. B. Clupanodonsäure) enthalten. Diese können zwar auch getrennt werden, die erreichbare Vergleichspräzision erscheint aber für eine Normung nicht ausreichend. Veresterung, Trennung und Identifizierung verlangen spezielle Techniken, z. B. auch bei mehrfach konjugierten Fettsäuren. Diese Norm gilt ebenfalls nicht für Methylester, die bei Temperaturen bis 250 °C zu langsam eluiert werden (z. B. aus Harzsäuren) oder die nicht ausreichend flüchtig sind (z. B. aus polymerisierten Fettsäuren).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 12591, *Laborgeräte aus Glas — Dimrothkühler mit Kegelschliffen*

DIN 12592, *Laborgeräte aus Glas — Grahamkühler mit Kegelschliffen*

DIN 51405, *Prüfung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen, verwandten Flüssigkeiten und Lösemitteln für Lacke und Anstrichstoffe — Gaschromatographische Analyse — Allgemeine Arbeitsgrundlagen*

DIN EN ISO 4797, *Laborgeräte aus Glas — Erlenmeyer-, Rund- und Stehkolben mit Kegelschliff*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

3 Probenahme

Aus dem zu prüfenden Produkt nach DIN EN ISO 15528 eine Durchschnittsprobe nehmen.

Ist ein Aufschmelzen erforderlich, so muss vor dem Entnehmen einer Durchschnittsprobe gründlich gemischt werden. Je kleiner die Probenmenge wird, umso mehr ist die Empfindlichkeit der ungesättigten Fettsäuren und der Ester gegen Oxidation zu beachten. Die Probe muss unter Schutzgas in einem Kühlschrank aufbewahrt werden.

4 Methylierung von Fettsäuren

4.1 Allgemeines

Die beiden beschriebenen Verfahren dienen zum Herstellen von Methylestern aus Fettsäuren. Mit dem Bortrifluorid-Verfahren (siehe 4.3) können auch Fettsäureester in Fettsäuremethylester umgeestert werden. Die Verfahren sind nicht für Fettsäuren mit weniger als acht C-Atomen geeignet; diese Fettsäuren werden am besten direkt gaschromatographisch analysiert. α -substituierte Fettsäuren lassen sich vollständig nur nach dem Veresterungsverfahren (siehe 4.4) verestern.

4.2 Sicherheitshinweis zum Bortrifluorid-Methanol-Komplex

WARNUNG — Bortrifluorid ist giftig und wirkt ätzend auf Augen, Haut und Schleimhäute (MAK-Wert: 1 ml/m³ (ppm) bzw. 3 mg/m³).

Der Komplex sollte deshalb nicht selbst hergestellt, sondern das im Handel erhältliche Reagenz verwendet werden, das etwa 14 % Bortrifluorid enthält.

Mit dem Bortrifluorid-Methanol-Komplex muss stets in einem einwandfrei arbeitenden Abzug gearbeitet werden, siehe Merkblatt M005 [1].

4.3 Bortrifluorid-Verfahren

4.3.1 Kurzbeschreibung

Die zu veresternden Fettsäuren werden mit methanolischer Bortrifluorid-Lösung in ihre Methylester überführt. Die Methylester werden in Petrolether mit einem Siedebereich von 40 °C bis 60 °C aufgenommen und nach dem Trocknen direkt gaschromatographisch analysiert.

4.3.2 Geräte

4.3.2.1 50-ml-Rundkolben mit Normschliff (nach DIN EN ISO 4797).

4.3.2.2 Kühler, ausreichend wirksam, vorzugsweise **Grahamkühler** (nach DIN 12592) oder **Dimrothkühler** (nach DIN 12591), passend zum Rundkolben.

4.3.2.3 Pasteur-Kapillar-Pipette.

4.3.2.4 Messpipette, Nennvolumen mindestens 10 ml.

4.3.2.5 Reagenzglas mit Normschliff und Glasstopfen.

4.3.2.6 Siedesteine, fettfrei.

4.3.3 Reagenzien

4.3.3.1 Natriumhydroxid-Lösung in Methanol, $c(\text{NaOH}) \approx 0,5 \text{ mol/l}$.

2 g Natriumhydroxid in 100 ml Methanol, das nicht mehr als 5 % Wasser enthält, lösen. Die methanolische Natriumhydroxid-Lösung in einer Flasche aufbewahren. Die bei langem Lagern mögliche Bildung von etwas Natriumcarbonat (weißer Niederschlag) beeinflusst die Methylesterherstellung nicht.

4.3.3.2 Bortrifluorid-Methanol-Lösung, etwa 20 %ig.

4.3.3.3 Petrolether, Siedebereich 40 °C bis 60 °C.