

Pigmente
Zinkstaub-Pigmente
Technische Lieferbedingungen

DIN
55 969

Pigments; zinc dust pigments; technical delivery specifications

Pigments; pigments de poussière de zinc; spécifications

Zusammenhang mit der Internationalen Norm ISO 3549-1976, siehe Erläuterungen.

In dieser Norm bedeutet % bei Angabe von Gehalten und von Konzentrationen von Lösungen Massengehalt in % (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 Geltungsbereich

Diese Norm gilt für Zinkstaub-Pigmente im Sinne von Abschnitt 2. Sie gilt nicht für plättchenförmige Zink-Pigmente.

2 Begriff

Zinkstaub-Pigmente sind Pigmente¹⁾, die durch Destillation hergestellt werden und hauptsächlich aus metallischem Zink bestehen.

3 Bezeichnung

Bezeichnung eines Zinkstaub-Pigmentes nach Abschnitt 2, das den Anforderungen nach Abschnitt 4 entspricht:

Zinkstaub-Pigment DIN 55 969 – A

4 Anforderungen und Prüfung

Eigenschaft			Anforderung	Prüfung nach
Gesamt-Zink-Gehalt		% Zn	min. 98	Abschnitt 4.3
Gehalt an metallischem Zink		% Zn	min. 94	Abschnitt 4.4
Blei-Gehalt		% Pb	max. 0,2	Abschnitt 4.5
Cadmium-Gehalt		% Cd	max. 0,2	Abschnitt 4.5
Eisen-Gehalt		% Fe	max. 0,2	Abschnitt 4.6
Arsen-Gehalt		% As	max. 0,0004	Abschnitt 4.7
Säureunlösliche Anteile		%	max. 0,2	Abschnitt 4.8
Siebrückstand auf Drahtsieb- boden nach DIN 4188 Teil 1	0,125	%	0	DIN 53 580 oder anderes vereinbartes Verfahren, mit einer Einwaage von 50 g
	0,090	%	max. 0,1	
	0,045	%	max. 3	
Teilchengrößenverteilung			In vielen Fällen muß die Teilchengrößenverteilung angegeben werden. In diesen Fällen sind die Anforderungen und das Prüfverfahren zu vereinbaren.	

Anmerkung: Für einige Anwendungsgebiete sind geringere Siebrückstände notwendig als in der Tabelle angegeben. In diesem Fall sind die Anforderungen an die Siebrückstände zu vereinbaren.

1) Begriff Pigment siehe DIN 55 943

Fortsetzung Seite 2 bis 6
Erläuterungen Seite 6

4.1 Probenahme

Für die Prüfungen nach den Abschnitten 4.3 bis 4.8 wird nach DIN 53 205 eine Endprobe entnommen, die für jeweils zwei Bestimmungen ausreicht.

4.2 Anzahl der Bestimmungen

Die Bestimmungen nach Abschnitt 4.3 bis 4.8 sind mindestens zweimal durchzuführen.

4.3 Bestimmung des Gesamt-Zink-Gehaltes

4.3.1 Reagenzien

Salzsäure, 37%ig (Dichte 1,19 g/cm³)

Salzsäure, 8%ig: 200 cm³ Salzsäure, 37%ig, werden mit Wasser auf 1000 cm³ aufgefüllt.

Salpetersäure, 65%ig (Dichte 1,40 g/cm³)

Ammoniak-Lösung, 33%ig (Dichte 0,88 g/cm³)

Puffer-Lösung: In jeweils 300 cm³ Wasser werden 200 g Hydroxylammoniumchlorid und 28 g Natriumhydroxid gelöst. Die Lösungen werden miteinander gemischt, auf Raumtemperatur gekühlt und auf 1000 cm³ aufgefüllt.

Äthylendiamintetraessigsäure-Dinatriumsalz (EDTA)-Lösung, 0,1 molar:

Die Lösung wird in einer Polyäthylenflasche aufbewahrt. Der Faktor wird gegen eine 0,05 molare Zinksulfat-Lösung eingestellt

Xylenolorange-Indikatorlösung, 0,1%ig

Bromthymolblau-Indikatorlösung, 0,1% in Äthanol

Eisen(III)-chlorid-Lösung, 10%ig

4.3.2 Durchführung

Etwa 1,5 g des Pigmentes werden auf 0,001 g eingewogen (Einwaage E) und in einem 500-cm³-Meßkolben in 20 cm³ Salzsäure, 37%ig, gelöst. Bleiverbindungen werden durch Zugabe von 1 bis 2 cm³ Salpetersäure gelöst. Sofort nach dem Lösen wird Eisenchlorid-Lösung als Fällungshilfsmittel zugegeben und das Eisen und Blei durch Zugabe von Ammoniak-Lösung gefällt. Die Ammoniak-Lösung muß im Überschuß sein.

Die Lösung wird bis zur Marke aufgefüllt und durch ein Schwarzband- oder Weißbandfilter filtriert.

50 cm³ des Filtrates werden in einem 600-cm³-Becherglas mit 200 cm³ Wasser verdünnt und mit 3 Tropfen Bromthymolblau-Indikatorlösung versetzt.

Danach wird Salzsäure, 8%ig, aus einer Tropfflasche bis zum Farbumschlag nach Gelb zugegeben. Nach Zugabe von 20 cm³ Puffer-Lösung und 3 Tropfen Xylenolorange-Lösung wird mit EDTA-Lösung bis zum Farbumschlag von Rot nach leicht Gelb titriert (Verbrauch V).

4.3.3 Auswertung

Der Gesamt-Zink-Gehalt in % Zn ist:

$$\text{Gesamt-Zink-Gehalt} = \frac{V \cdot F \cdot 100}{E}$$

Hierin bedeuten:

E Einwaage in g

F Faktor der EDTA-Lösung

V Verbrauch an EDTA-Lösung in cm³

Die Lösung wird mit Zinkjodidstärke-Lösung auf Abwesenheit von oxidierenden Bestandteilen geprüft.

4.4 Bestimmung des Gehaltes an metallischem Zink

4.4.1 Reagenzien

Kohlendioxid

Phosphorsäure, 90%ig

Schwefelsäure: 50 cm³ Schwefelsäure, 98%ig (Dichte 1,84 g/cm³) werden vorsichtig zu 950 cm³ Wasser gegeben.

Kupfersulfat-Lösung: 200 g Kupfersulfat (CuSO₄ · 5 H₂O) werden in 1000 cm³ Wasser gelöst.

Eisensulfat-Lösung: 350 g Eisen(III)-sulfat werden in 1000 cm³ Wasser soweit wie möglich gelöst. Die Lösung wird erwärmt, bis alles Eisen(III)-sulfat gelöst ist, auf Raumtemperatur abgekühlt und filtriert.

Kaliumpermanganat-Lösung: 20 g Kaliumpermanganat werden in einem 3- oder 4-Liter-Kolben in 2000 cm³ Wasser gelöst, eine Stunde lang gekocht und bis zum nächsten Tag stehengelassen. Die Lösung wird in einen 2000-cm³-Meßkolben dekantiert und auf 2000 cm³ aufgefüllt. Nach gründlichem Durchmischen und Absitzenlassen des unlöslichen Anteils wird durch ein Filter aus Glaswolle oder einen Glasfaltertiegel G 4 in eine braune Flasche mit Glasstopfen filtriert.

4.4.2 Faktorstellung der Kaliumpermanganat-Lösung

Kurz vor Gebrauch der Kaliumpermanganat-Lösung wird ihr Faktor wie folgt bestimmt:

720 mg Natriumoxalat, das 1 Stunde lang bei 120 °C getrocknet wurde, werden auf 0,1 mg gewogen und in einem 500-cm³-Kolben in 200 cm³ Schwefelsäure gelöst. Die Lösung wird zum Sieden erhitzt und mit der Kaliumpermanganat-Lösung bis zum Auftreten der violetten Farbe titriert. Die Faktorstellung wird dreimal durchgeführt. Der Mittelwert der drei Einwaagen wird als E_1 und der Mittelwert der drei Titrationsen als V_1 bei der Berechnung nach Abschnitt 4.4.4 eingesetzt.

4.4.3 Durchführung

Ein trockener 1000-cm³-Erlenmeyerkolben wird mit Kohlendioxid gefüllt und vorsichtig mit einem Gummistopfen verschlossen. Etwa 400 mg des Pigmentes werden auf 1 mg gewogen (Einwaage E_2) und mit 3 bis 4 cm³ Wasser schnell in den Kolben gespült. Der Kolben wird sofort mit dem Gummistopfen verschlossen. Die Bildung von Zusammenballungen muß soweit wie möglich verhindert werden. In den Kolben werden 10 cm³ Kupfersulfat-Lösung gegeben. Die Suspension wird etwa eine Minute lang gut geschüttelt, um Pigmentzusammenballungen zu zerteilen. Mit 50 cm³ Eisensulfat-Lösung, aus der vorher durch 10 Minuten langes Durchleiten von Kohlendioxid der gelöste Sauerstoff vertrieben wurde, werden alle am Hals des Meßkolbens haftenden Metallteilchen in die Lösung gespült.

Bei allen Arbeiten soll der Erlenmeyerkolben soweit wie möglich verschlossen bleiben. Der Kolben wird öfter geschüttelt, bis sich alles Zink gelöst hat, was etwa 15 bis 30 Minuten dauert. Dann werden 20 cm³ Phosphorsäure und 200 cm³ Schwefelsäure zugegeben, und die Lösung wird sofort bis zum Auftreten der violetten Farbe mit der Kaliumpermanganat-Lösung titriert (Verbrauch V_2). In gleicher Weise, jedoch ohne Pigment, wird ein Blindversuch durchgeführt (Verbrauch V_3).

4.4.4 Auswertung

Der Gehalt an metallischem Zink in % Zn ist:

$$\text{Gehalt an metallischem Zink} = \frac{48,79 \cdot E_1 (V_2 - V_3)}{V_1 \cdot E_2}$$

Hierin bedeuten:

E_1 Mittelwert der Einwaagen in g an Natriumoxalat nach Abschnitt 4.4.2

E_2 Einwaage in g an Zinkstaub-Pigment nach Abschnitt 4.4.3

V_1 Mittelwert der Verbräuche in cm³ an Kaliumpermanganat-Lösung zur Faktorstellung nach Abschnitt 4.4.2

V_2 Verbrauch in cm³ an Kaliumpermanganat-Lösung zum Titrieren des Zinkstaub-Pigmentes nach Abschnitt 4.4.3

V_3 Verbrauch in cm³ an Kaliumpermanganat-Lösung zum Titrieren beim Blindversuch nach Abschnitt 4.4.3