

Pigmente
Chromgrün-Pigmente
Technische Lieferbedingungen

DIN
55 973

Pigments; lead chrome green pigments; technical delivery specifications

Pigments; pigments à base de chromate de plomb et de bleu de fer specifications

In dieser Norm bedeutet % bei Angabe von Gehalten und Konzentrationen von Lösungen 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 Chromgrün-Pigmente im Sinne von Abschnitt 2.

2. Begriff

Chromgrün-Pigmente sind aus Bleichromat-Pigmenten¹⁾ und Eisenblau-Pigmenten²⁾ hergestellte anorganische Pigmente³⁾ ohne Zusätze von Füllstoffen³⁾ und anderen Farbmitteln³⁾.

3. Bezeichnung

Als „Chromgrün-Pigmente nach DIN 55 973“ dürfen nur Chromgrün-Pigmente nach Abschnitt 2 bezeichnet werden, die den Anforderungen nach Abschnitt 4 entsprechen.

4. Anforderungen und Prüfung

Eigenschaft	Anforderung	Prüfung nach
Gesamt-Blei-Gehalt % Pb	4)	Abschnitt 4.3
Gehalt an wasserlöslichen Anteilen %	max. 1,5	DIN 53 197, Ausgabe November 1971, Verfahren B, mit einer Einwaage von 20 g
Aciditätszahl oder Alkalitätszahl des wäßrigen Extraktes cm ³ 0,1 N Lauge oder Säure/100 g Pigment	max. 20	DIN 53 202, Ausgabe September 1973, Verfahren B, mit einer Einwaage von 20 g
Gehalt an säurelöslichem Blei % Pb	5)	Abschnitt 4.4
Gehalt an bei 105 °C flüchtigen Anteilen %	max. 3	DIN 53 198 6)
Siebrückstand auf Drahtsieb-boden 0,045 nach DIN 4188 Blatt 1 %	max. 1,5	DIN 53 195 oder DIN 53 580 ⁷⁾
Ölzahl g/100 g	8)	DIN 53 199
Farbe	9)	10)
Relative Farbstärke	9)	DIN 53 204 oder DIN 53 234 ⁷⁾
Dispergierbarkeit	9)	DIN 53 239 ¹¹⁾

4) Der Gesamt-Blei-Gehalt ist zu vereinbaren. Der vereinbarte Wert ist auf $\pm 3\%$ (absolut) einzuhalten.

5) Der säurelösliche Blei-Gehalt ist, falls erforderlich, zu vereinbaren.

6) Jedoch mit einer einmaligen Trocknungsdauer von 1 Stunde.

7) Das angewendete Verfahren ist im Prüfbericht anzugeben.

8) Nach Vereinbarung, mit einer zulässigen Abweichung von $\pm 15\%$.

9) Entsprechend einer vereinbarten Vergleichsprobe.

10) Das Verfahren ist zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben.

11) Andere Verfahren sind, falls erforderlich, zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben.

1) Technische Lieferbedingungen für Bleichromat-Pigmente siehe DIN 55 975

2) Technische Lieferbedingungen für Eisenblau-Pigmente siehe DIN 55 906

3) Begriffe Pigment, Füllstoff und Farbmittel siehe DIN 55 943

Fortsetzung Seite 2 und 3

4.1. Probenahme

Für die Prüfung nach Abschnitt 4.3 und 4.4 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 und 4.4 sind mindestens zweimal durchzuführen.

4.3. Bestimmung des Gesamt-Blei-Gehaltes (als Pb)**4.3.1. Reagenzien**

Salzsäure, 37 %ig (Dichte 1,19 g/cm³)

Schwefelsäure, 98 %ig (Dichte 1,84 g/cm³)

Schwefelsäure, 5 %ig

Salpetersäure-Brom-Lösung, 4 N Salpetersäure mit Brom gesättigt

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

Weinsäure

Natriumsulfid, 5 %ige, frischbereitete Lösung

Ammoniumacetat, kristallin

Ammoniumacetat, gesättigte Lösung

Schwefelwasserstoff

Äthanol, 96 %ig

4.3.2. Durchführung

Etwa 0,5 g des Pigmentes werden auf 0,0001 g gewogen (Einwaage *E*) und in 100 cm³ Wasser, 15 cm³ Salzsäure und 2 cm³ Äthanol gelöst. Die Lösung wird gekocht, bis kein Geruch nach Aldehyd mehr auftritt. Danach wird auf 200 cm³ verdünnt und heiß über einen Blaubandfilter filtriert. Das Filtrierpapier mit dem Rückstand wird mit heißem Wasser gewaschen, bis einige Tropfen des Filtrates mit Natriumsulfid-Lösung keine Färbung ergeben. Zu dem mit dem Waschwasser vereinigten Filtrat wird Ammoniak-Lösung gegeben, bis ein schwacher Niederschlag entsteht.

Dann wird nach Zugabe von 0,5 g Weinsäure mit Salzsäure auf einen pH-Wert von 1 bis 2 eingestellt und das Blei durch Einleiten von Schwefelwasserstoff als Bleisulfid gefällt. Die Lösung wird auf 400 cm³ verdünnt und erneut mit Schwefelwasserstoff gesättigt. Der Niederschlag wird über einem Glasfildertiegel filtriert und fünfmal mit einer gesättigten Schwefelwasserstoff-Lösung gewaschen.

Der Niederschlag wird in ein Becherglas übergeführt und unter Erhitzen in der Salpetersäure-Brom-Lösung gelöst. Die heiße Lösung wird anschließend über den vorher benutzten Glasfildertiegel filtriert. Der Rückstand wird fünfmal mit heißem Wasser gewaschen. Nach dem Abkühlen werden 15 cm³ Schwefelsäure zum Filtrat zugegeben, und das Filtrat wird eingedampft, bis Schwefelsäuredämpfe entstehen. Nach dem Abkühlen wird der Rückstand von den Seiten des Becherglases abgewaschen. Es wird erneut bis zum Entstehen von Schwefelsäuredämpfen eingedampft. Nach erneutem Abkühlen werden 250 cm³ Wasser und 100 cm³ Äthanol zugegeben. Die Suspension wird einige Stunden lang stehen gelassen.

Der Niederschlag wird über einen Porzellanfildertiegel filtriert und zuerst mit einer Lösung aus gleichen Volumen-Teilen Äthanol und 5 %iger Schwefelsäure und anschließend mit Äthanol gewaschen, bis das Filtrat neutral ist. Nach dem Trocknen im Wärmeschrank wird der Porzellanfildertiegel in einen Porzellantiegel eingesetzt und bei 500 bis 600 °C bis zur Gewichtskonstanz geglüht. Nach dem Abkühlen im Exsikkator wird der Rückstand auf 0,0001 g gewogen (Auswaage *A*₁).

In den Porzellanfildertiegel werden Ammoniumacetat-Kristalle gegeben, und der Rückstand wird zuerst mit heißer Ammoniumacetat-Lösung und anschließend mit heißem Wasser gewaschen, bis einige Tropfen des Filtrates keine Färbung mit Natriumsulfid-Lösung ergeben. Nach dem Trocknen, Glühen und Abkühlen wird der Rückstand erneut auf 0,0001 g gewogen (Auswaage *A*₂).

4.3.3. Auswertung

Der Gesamt-Blei-Gehalt als Pb in % ist:

$$\text{Gesamt-Blei-Gehalt} = \frac{(A_1 - A_2) \cdot 0,683}{E} \cdot 100$$

Hierin bedeuten:

*A*₁ Auswaage in g mit Bleisulfat

*A*₂ Auswaage in g nach dem Extrahieren mit Ammoniumacetat-Lösung

E Einwaage in g

4.4. Bestimmung des säurelöslichen Blei-Gehaltes (als Pb)**4.4.1. Reagenzien**

Salzsäure, 0,25 %ig (etwa 0,06 N)

Schwefelsäure, 98 %ig (Dichte 1,84 g/cm³)

Schwefelsäure, 5 %ig

Salpetersäure-Brom-Lösung, 4 N Salpetersäure mit Brom gesättigt

Schwefelwasserstoff

Äthanol, 96 %ig