

Lacke und Anstrichstoffe

Bestimmung des Gesamt-Bleigehaltes

Flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren

Identisch mit ISO 6503, Ausgabe 1984

DIN
ISO 6503

Paints and varnishes; determination of total lead; flame atomic absorption spectrometric method; identical with ISO 6503, edition 1984

Peintures et vernis, détermination du plomb total, méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme; identique à ISO 6503, édition 1984

Die Internationale Norm ISO 6503, 1. Ausgabe 1984-10-15, – Paints and varnishes; Determination of total lead; Flame atomic absorption spectrometric method – ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Nationales Vorwort

Diese Norm wurde vom NPF/FA-Arbeitsausschuß 14 „Analyseverfahren für Farbmittel und Anstrichstoffe“ ausgearbeitet. Sie enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 6503, 1. Ausgabe vom 15. Oktober 1984, die vom ISO/TC 35/SC 9 „Allgemeine Prüfverfahren für Lacke und Anstrichstoffe“ (Sekretariat: British Standards Institution) nach eingehenden Vorarbeiten in der Arbeitsgruppe ISO/TC 35/SC 9/WG 14 „Gehalt an toxischen Stoffen in Lacken und Anstrichstoffen“ (Sekretariat: DIN Deutsches Institut für Normung e.V.) aufgestellt worden ist.

Der Begriff „paint“ umfaßt nach der in ISO 4618/1 angegebenen Definition pigmentierte Lacke und Anstrichstoffe. Zur einfacheren Formulierung wurde im Text dieser Norm „paint“ mit „Lack“ übersetzt.

Die in der Originalfassung enthaltene Fußnote 1 zu Abschnitt 2 wurde nicht übernommen, da die Folgeausgabe von ISO/R 385 – 1964 inzwischen als Norm ISO 385/1 – 1984 vorliegt. Die übrigen Fußnoten aus der Originalfassung wurden in der deutschen Übersetzung fortlaufend numeriert.

Die Angaben der Zusammensetzungsgrößen stimmen mit denen in den Normen DIN 1310 und DIN 32 625 nur teilweise überein.

Zitierte Normen

ISO 385/1 $\triangle$ DIN 12 700 Teil 1

Laborgeräte aus Glas; Büretten; Allgemeine Bestimmungen

ISO 1042 $\triangle$ DIN 12 664 Teil 1

Laborgeräte aus Glas; Meßkolben mit einer Marke; Meßkolben mit Bördelrand, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung

Von den Internationalen Normen

ISO 1512 – 1974

ISO 1513 – 1980

liegen deutsche Übersetzungen vor, die vom ISO-Zentralsekretariat als authentisch anerkannt worden sind.

Zur Frage einer Übernahme von

ISO 3696

in das DIN-Normenwerk wird eine Klärung herbeigeführt.

ISO 3856/1 = DIN ISO 3856 Teil 1

Lacke und Anstrichstoffe; Bestimmung des „löslichen“ Metallgehaltes; Teil 1: Bestimmung des Bleigehaltes; Flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren und spektralphotometrisches Verfahren mit Dithizon; Identisch mit ISO 3856/1, Ausgabe 1984

ISO 5725 = DIN ISO 5725

Präzision von Prüfverfahren; Bestimmung von Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit durch Ringversuche

Weitere Normen

DIN 51 401 Teil 1

Atomabsorptionsspektrometrie (AAS); Begriffe

DIN ISO 6713

Lacke und Anstrichstoffe; Herstellen von Säureextrakten aus pigmentierten flüssigen oder pulverförmigen Lacken und Anstrichstoffen; Identisch mit ISO 6713, Ausgabe 1984

Internationale Patentklassifikation

C 08 K 3/10

C 09 D 7/12

G 01 N 21/72

Fortsetzung Seite 2 bis 7

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

Normenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe (FA) im DIN

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

Deutsche Übersetzung

Lacke und Anstrichstoffe

Bestimmung des Gesamt-Bleigehaltes Flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitglieds Körperschaften zunächst zur Annahme vorgelegt, bevor sie vom Rat der ISO als Internationale Normen bestätigt werden. Sie werden nach den Verfahrensregeln der ISO angenommen, wenn mindestens 75% der abstimmenden Mitglieds Körperschaften zugestimmt haben.

Die Internationale Norm ISO 6503 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35, Lacke und Anstrichstoffe, ausgearbeitet.

Inhalt

	Seite		Seite
1 Zweck und Anwendungsbereich	3	5 Nasses Oxidationsverfahren	4
2 Verweisungen auf andere Normen	3	6 Bestimmung	6
3 Grundlage des Verfahrens	3	7 Auswertung	7
4 Trockenes Veraschungsverfahren	3	8 Prüfbericht	7

1 Zweck und Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt ein flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren zur Bestimmung des Gesamt-Bleigehaltes von Lacken, Anstrichstoffen und ähnlichen Erzeugnissen.

Das Verfahren ist für Erzeugnisse anwendbar, deren Gesamt-Bleigehalt im Bereich von etwa 0,01 bis 2% (m/m) liegt.

Anmerkung: Das Verfahren kann auch auf Erzeugnisse mit einem Gesamt-Bleigehalt über 2% anwendbar sein, aber es sollte nur angewendet werden, wenn die in Abschnitt 7.2 für die Präzision angegebenen Werte nicht überschritten werden.

Zur Behandlung der Probe werden zwei Verfahren angegeben; das trockene Veraschungsverfahren (Abschnitt 4) sollte als Schiedsverfahren in Streitfällen angewendet werden.

Für die Bestimmung des Bleis in der Probelösung kann das in ISO 3856/1 festgelegte spektralphotometrische Verfahren mit Dithizon als ein alternatives Verfahren angewendet werden.

2 Verweisungen auf andere Normen*)

ISO 385/1	Laborgeräte aus Glas – Büretten – Teil 1: Allgemeine Anforderungen
ISO 1042	Laborgeräte aus Glas – Meßkolben mit einer Marke
ISO 1512	Lacke und Anstrichstoffe – Probenahme
ISO 1513	Lacke und Anstrichstoffe – Untersuchung und Vorbereitung von Proben für die Prüfung
ISO 3696	Wasser zur Anwendung im Laboratorium – Anforderungen ¹⁾
ISO 3856/1	Lacke und Anstrichstoffe – Bestimmung des „löslichen“ Metallgehaltes. Teil 1: Bestimmung des Blei-Gehaltes – Flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren und spektralphotometrisches Verfahren mit Dithizon
ISO 5725	Präzision von Prüfverfahren – Bestimmung von Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit durch Ringversuche

3 Grundlage des Verfahrens

Aufschluß der Probe entweder nach dem trockenen Veraschungsverfahren (Abschnitt 4) oder nach dem nassen Oxidationsverfahren (Abschnitt 5) und Bestimmung des Bleis mittels Flammenatomabsorptionsspektrometrie.

4 Trockenes Veraschungsverfahren

4.1 Grundlage

Eindampfen der Probe zur Trockne und Veraschen bei 475 °C, um alle organischen Anteile zu entfernen. Extraktion des Bleis im Rückstand mit Salzsäure.

4.2 Reagenzien

Für die Analyse sind nur Reagenzien mit bekanntem analytischen Reinheitsgrad und Wasser, dessen Reinheit mindestens Grad 3 nach ISO 3696 entspricht, zu verwenden.

4.2.1 Natriumcarbonat, wasserfrei

4.2.2 Magnesiumcarbonat

4.2.3 Schwefel

4.2.4 Flüssiges Paraffin

4.2.5 Natriumsulfid-Lösung, 10 g/l

4.2.6 Salzsäure, etwa 180 g/l

450 ml konzentrierte Salzsäure [36% (m/m), ρ etwa 1,18 g/ml] sind zu etwa der gleichen Menge Wasser zu geben und auf 1000 ml zu verdünnen.

4.2.7 Salzsäure, etwa 18 g/l

100 ml der Salzsäure (4.2.6) sind zu Wasser zu geben und auf 1000 ml zu verdünnen.

4.2.8 Salpetersäure, etwa 315 g/l

1 Vol.-Teil konzentrierte Salpetersäure [etwa 65% (m/m), ρ etwa 1,40 g/ml] ist zu 2 Vol.-Teilen Wasser zu geben.

4.2.9 Blei, Standard-Stammlösung, 1 g Pb/l

Es ist entweder

a) der Inhalt einer Ampulle mit Blei-Standardlösung, die genau 1 g Pb enthält, in einen 1000-ml-Meßkolben, der etwas Wasser und 30 ml der Salpetersäure (4.2.8) enthält, zu überführen, bis zur Marke mit Wasser aufzufüllen und gut zu mischen;

oder

b) 1,598 g (vorher bei 105 °C 2 h lang getrocknetes) Bleinitrat $[Pb(NO_3)_2]$ sind auf 1 mg einzuwiegen und in einem 1000-ml-Meßkolben in Wasser zu lösen. Die Lösung ist mit 30 ml der Salpetersäure (4.2.8) zu versetzen, bis zur Marke mit Wasser aufzufüllen und gut zu mischen.

1 ml dieser Standard-Stammlösung enthält 1 mg Pb.

4.2.10 Blei, Standardlösung, 100 mg Pb/l

Diese Lösung ist am Tage der Verwendung herzustellen. 10 ml der Standard-Stammlösung (4.2.9) sind in einen 100-ml-Meßkolben zu pipettieren, bis zur Marke mit der Salzsäure (4.2.7) aufzufüllen und gut zu mischen.

1 ml dieser Standardlösung enthält 100 µg Pb.

4.3 Geräte

Übliches Laborgerät und

4.3.1 Tiegel aus Quarzglas, vorzugsweise neu

4.3.2 Muffelofen, der auf (475 ± 25) °C eingestellt werden kann

4.3.3 Heizplatte, mit einstellbarer Heizleistung

4.4 Probenahme

Aus dem zu prüfenden Erzeugnis ist eine repräsentative Probe nach dem in ISO 1512 beschriebenen Verfahren zu nehmen.

Die Probe ist nach ISO 1513 zu untersuchen und für die Prüfung vorzubereiten.

*) Nationale Fußnote: Siehe Nationales Vorwort

1) Z. Z. Entwurf