

**DIN EN 12802**

ICS 93.080.20

Einsprüche bis 2019-01-16  
Vorgesehen als Ersatz für  
DIN EN 12802:2011-12

**Entwurf**

**Straßenmarkierungsmaterialien –  
Laborverfahren für die Identifikation;  
Deutsche und Englische Fassung prEN 12802:2018**

Road marking materials –  
Laboratory methods for identification;  
German and English version prEN 12802:2018

Produits de marquage routier –  
Méthodes de laboratoire pour identification;  
Version allemande et anglaise prEN 12802:2018

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-11-16 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter [www.din.de/go/entwuerfe](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [nabau@din.de](mailto:nabau@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 64 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

## **Nationales Vorwort**

Dieses Dokument (prEN 12802:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 226 „Straßenausstattung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 005-10-22 AA „Straßenmarkierungen (SpA zu CEN/TC 226/WG 2) Gemeinschaftsausschuss mit FGSV“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-2                      siehe      DIN ISO 5725-2

## **Änderungen**

Gegenüber DIN EN 12802:2011-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Einführung des Begriffs Premixsystem und Toleranzen;
- b) Einführung digitaloptischer Geräte für Premixkörperuntersuchungen, Verweisung auf EN 1423/1424;
- c) Entfernen der Verweisungen auf Nachstreumittel, da diese in EN 1423 behandelt werden;
- d) Wechsel des Verfahrens Anhang F auf Headspace-GC;
- e) Anhang H wurde gelöscht, da redundant;
- f) redaktionelle Überarbeitung des gesamten Dokumentes.

## **Nationaler Anhang NA (informativ)**

### **Literaturhinweise**

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

## **Straßenmarkierungsmaterialien — Laborverfahren für die Identifikation**

*Produits de marquage routier — Méthodes de laboratoire pour identification*

*Road marking materials — Laboratory methods for identification*

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9d

## Inhalt

|                                                                                                                                                                 | Seite |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort .....                                                                                                                                      | 4     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                                                                                                       | 5     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                                                                                                  | 5     |
| 3 Begriffe .....                                                                                                                                                | 5     |
| 4 Probenahme .....                                                                                                                                              | 6     |
| 5 Prüfverfahren .....                                                                                                                                           | 6     |
| 5.1 Allgemeines .....                                                                                                                                           | 6     |
| 5.2 Markierungsfarben, Kaltplastikmassen und Heißplastikmassen.....                                                                                             | 6     |
| 5.2.1 Dichte .....                                                                                                                                              | 6     |
| 5.2.2 Feststoff-/Lösemittelanteil .....                                                                                                                         | 6     |
| 5.2.3 Anteil organischer Bestandteile und Identifizierung.....                                                                                                  | 6     |
| 5.2.4 Anteil anorganischer Bestandteile und Identifizierung.....                                                                                                | 6     |
| 5.2.5 Titandioxidanteil.....                                                                                                                                    | 7     |
| 5.2.6 Premixpartikel/Glasperlenanteil.....                                                                                                                      | 7     |
| 5.2.7 Für die Identifizierung der Lösemittel .....                                                                                                              | 7     |
| 5.2.8 Viskosität.....                                                                                                                                           | 7     |
| 5.2.9 Aschegehalt.....                                                                                                                                          | 7     |
| 5.3 Vorgefertigte Straßenmarkierungen .....                                                                                                                     | 7     |
| 5.4 Premixpartikel und/oder Glasperlen .....                                                                                                                    | 7     |
| 5.4.1 Korngrößenbestimmung.....                                                                                                                                 | 7     |
| 5.5 Toleranzen .....                                                                                                                                            | 7     |
| 6 Prüfbericht.....                                                                                                                                              | 8     |
| Anhang A (normativ) Markierungsfarbe – Prüfverfahren zur Bestimmung des Feststoff-<br>/Lösemittelanteils.....                                                   | 9     |
| A.1 Kurzbeschreibung .....                                                                                                                                      | 9     |
| A.2 Geräte.....                                                                                                                                                 | 9     |
| A.3 Reagenzien.....                                                                                                                                             | 9     |
| A.4 Durchführung des Verfahrens.....                                                                                                                            | 9     |
| A.5 Prüfergebnis.....                                                                                                                                           | 9     |
| Anhang B (normativ) Markierungsfarbe, Heiß- und Kaltplastikmasse – Prüfverfahren für die<br>Bestimmung und Identifizierung von organischen Bestandteilen.....   | 11    |
| B.1 Kurzbeschreibung .....                                                                                                                                      | 11    |
| B.2 Geräte.....                                                                                                                                                 | 11    |
| B.3 Zu verwendende Lösemittel .....                                                                                                                             | 11    |
| B.4 Durchführung.....                                                                                                                                           | 12    |
| B.5 Prüfergebnisse.....                                                                                                                                         | 13    |
| Anhang C (normativ) Markierungsfarbe, Heiß- und Kaltplastikmasse – Prüfverfahren für die<br>Bestimmung und Identifizierung von anorganischen Bestandteilen..... | 14    |
| C.1 Kurzbeschreibung .....                                                                                                                                      | 14    |
| C.2 Geräte.....                                                                                                                                                 | 14    |
| C.3 Reagenz .....                                                                                                                                               | 14    |
| C.4 Durchführung des Verfahrens.....                                                                                                                            | 15    |
| C.5 Berechnung und Auswertung (Carbonatgehalt als Teil der anorganischen Bestandteile).....                                                                     | 15    |

|                                                                                                                                                                        |           |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Anhang D (normativ) Markierungsfarbe, Heiß- und Kaltplastikmasse – Prüfverfahren für die Bestimmung des Titan(IV)-oxidanteils im anorganischen Bestandteil.....</b> | <b>16</b> |
| D.1 Kurzbeschreibung.....                                                                                                                                              | 16        |
| D.2 Geräte.....                                                                                                                                                        | 16        |
| D.3 Reagenzien.....                                                                                                                                                    | 16        |
| D.4 Herstellung der Lösungen .....                                                                                                                                     | 17        |
| D.5 Durchführung .....                                                                                                                                                 | 17        |
| D.5.1 Allgemeines .....                                                                                                                                                | 17        |
| D.5.2 Vorbereitung der Probe und Reduktion von TiO <sub>2</sub> .....                                                                                                  | 17        |
| D.5.3 Titration.....                                                                                                                                                   | 18        |
| D.5.4 Prüfergebnis.....                                                                                                                                                | 18        |
| <b>Anhang E (normativ) Markierungsfarbe, Heiß- und Kaltplastikmasse – Prüfverfahren für die Bestimmung des Glasperlenanteils .....</b>                                 | <b>19</b> |
| E.1 Kurzbeschreibung.....                                                                                                                                              | 19        |
| E.2 Geräte.....                                                                                                                                                        | 19        |
| E.3 Reagenzien.....                                                                                                                                                    | 19        |
| E.4 Durchführung des Verfahrens .....                                                                                                                                  | 19        |
| E.5 Berechnung und Auswertung .....                                                                                                                                    | 20        |
| <b>Anhang F (normativ) Markierungsfarbe und Kaltplastikmasse – Prüfverfahren für die Bestimmung und Identifizierung von Lösemitteln .....</b>                          | <b>22</b> |
| F.1 Kurzbeschreibung.....                                                                                                                                              | 22        |
| F.1.1 Gesamtanteil an Lösemitteln .....                                                                                                                                | 22        |
| F.1.2 Identifizierung der Lösemittel/Monomere .....                                                                                                                    | 22        |
| F.2 Geräte.....                                                                                                                                                        | 22        |
| F.3 Reagenzien.....                                                                                                                                                    | 22        |
| F.4 Durchführung – Identifizierung der Lösemittel/Monomere.....                                                                                                        | 22        |
| F.5 Prüfergebnisse .....                                                                                                                                               | 23        |
| F.5.1 Identifizierung der Lösemittel/Monomere .....                                                                                                                    | 23        |
| <b>Anhang G (normativ) Markierungsfarbe – Prüfverfahren für die Bestimmung der Viskosität (Krebs-Stormer-Verfahren) .....</b>                                          | <b>24</b> |
| G.1 Kurzbeschreibung.....                                                                                                                                              | 24        |
| G.2 Geräte.....                                                                                                                                                        | 24        |
| G.3 Durchführung .....                                                                                                                                                 | 24        |
| G.3.1 Vorbereitung der Prüfung.....                                                                                                                                    | 24        |
| G.3.2 Bestimmung der Viskosität.....                                                                                                                                   | 25        |
| G.4 Auswertung.....                                                                                                                                                    | 25        |
| <b>Anhang H (normativ) Markierungsfarbe, Heiß- und Kaltplastikmasse – Prüfverfahren für die Bestimmung des Aschegehalts .....</b>                                      | <b>29</b> |
| H.1 Anwendungsbereich.....                                                                                                                                             | 29        |
| H.2 Verweisungen .....                                                                                                                                                 | 29        |
| H.3 Probenahme .....                                                                                                                                                   | 29        |
| H.4 Geräte.....                                                                                                                                                        | 29        |
| H.5 Durchführung .....                                                                                                                                                 | 29        |
| H.6 Berechnung und Auswertung .....                                                                                                                                    | 30        |
| <b>Literaturhinweise.....</b>                                                                                                                                          | <b>31</b> |

## Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 12802:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 226 „Straßenausstattung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 12802:2011 ersetzen.

Dieses Dokument ist Teil einer Gruppe von zusammenhängenden Europäischen Normen.

- EN 1790, *Straßenmarkierungsmaterialien — Vorgefertigte Markierungen*;
- EN 1824, *Straßenmarkierungsmaterialien — Feldprüfungen*;
- EN 1871, *Straßenmarkierungsmaterialien — Physikalische Eigenschaften*;
- EN 12802, *Straßenmarkierungsmaterialien — Laborverfahren für die Identifikation*;
- EN 13197, *Straßenmarkierungsmaterialien — Verschleißsimulator*;
- EN 13212, *Straßenmarkierungsmaterialien — Anforderungen an die werkseigene Produktionskontrolle*;
- EN 13459, *Straßenmarkierungsmaterialien — Probenahme aus dem Lager und Prüfung*.

## 1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Laborverfahren für die Identifizierung von Straßenmarkierungsmaterialien fest, die für horizontale Leiteinrichtungen eingesetzt werden. Sofern es nicht gefordert wird, ist es nicht notwendig, alle beschriebenen Prüfungen durchzuführen.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

EN 1423, *Straßenmarkierungsmaterialien — Nachstreumittel — Markierungs-Glasperlen, Griffigkeitsmittel und Nachstreugemische*

EN 1424, *Straßenmarkierungsmaterialien — Premixglasperlen*

EN 1790, *Straßenmarkierungsmaterialien — Vorgefertigte Markierungen*

EN 13459, *Straßenmarkierungsmaterialien — Probenahme aus dem Lager und Prüfung*

EN ISO 2811-1, *Beschichtungsstoffe — Bestimmung der Dichte — Teil 1: Pyknometer-Verfahren (ISO 2811-1)*

EN ISO 2811-2, *Beschichtungsstoffe — Bestimmung der Dichte — Teil 2: Tauchkörper-Verfahren (ISO 2811-2)*

EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme (ISO 15528)*

## 3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

### 3.1

#### Markierungsfarbe

flüssiges Produkt, das Bindemittel, Pigmente, Füllstoffe, Lösemittel und Zusatzstoffe enthält, das als Einzel- oder Mehrkomponentensystem geliefert werden kann und beim Auftragen durch Verdunsten von Lösemittel/Wasser und/oder eine chemische Reaktion und/oder einen Koaleszenzprozess (bei Produkten auf Wasserbasis) einen zusammenhängenden Film bildet

### 3.2

#### Heißplastikmasse

lösemittelfreier Markierungsstoff, der als Block, Granulat oder Pulver geliefert wird, vor dem Aufbringen auf Straßenoberflächen bis zum Schmelzen erhitzt wird und durch Abkühlen einen zusammenhängenden Film bildet

### 3.3

#### **Kaltplastikmasse**

viskoses Produkt, das in Mehrkomponentenformen geliefert wird (mindestens eine Hauptkomponente und ein Härtersystem) bei dem der zusammenhängende Film nach Mischen aller Komponenten lediglich durch eine chemische Reaktion, nach der die Kaltplastikmasse fest wird, gebildet wird

## 4 Probenahme

Proben dürfen aus dem Lager, von auf der Baustelle bereitgestelltem Material oder von den Applikationsgeräten auf der Baustelle entnommen werden.

Repräsentative Proben der einzelnen Bestandteile müssen nach EN 13459 aus dem Lager entnommen werden.

Die Entnahme von Proben vor der Applikation kann von der Applikationseinheit der Straßenmarkierungsmaschine und/oder dem bereitgestellten Behälter erfolgen. Falls der Verdacht besteht, dass das Material nicht homogen ist, sind einige Proben von verschiedenen Bereichen des Behälters oder während der Applikation aus der Applikationseinheit zu entnehmen. Bei Markierungsfarben und Kaltplastikmassen muss mindestens  $2 \times 1$  l der Basiskomponente entnommen werden.

Bei in Form von Pulver vorliegenden Heißplastikmassen muss eine ausreichende Menge entnommen werden, damit die Heißplastikmasse in einem Metallbehälter aufgeschmolzen und zu einer homogenen Masse gemischt werden kann. Nach dem Abkühlen und Gießen zu festen Platten oder Blöcken sind repräsentative Proben von etwa  $2 \times 1$  kg homogenem festem Material zur Prüfung zu entnehmen.

## 5 Prüfverfahren

### 5.1 Allgemeines

Die Normprüfverfahren sind in 5.2 bis 5.4 aufgeführt.

Andere quantitative Analysenverfahren dürfen unter der Voraussetzung angewendet werden, dass die sich ergebenden Werte mit denen der Normverfahren vergleichbar sind.

### 5.2 Markierungsfarben, Kaltplastikmassen und Heißplastikmassen

#### 5.2.1 Dichte

Die Dichte der Markierungsfarbe und Kaltplastikmasse muss entweder nach dem in EN ISO 2811-1 oder dem in EN ISO 2811-2 festgelegten Verfahren bestimmt werden. Ein Alternativverfahren zum Bestimmen der Dichte von Heißplastikmasse ist EN 1097-6.

#### 5.2.2 Feststoff-/Lösemittelanteil

Der Feststoff-/Lösemittelanteil der Markierungsfarbe, angegeben in Prozent, muss nach dem in Anhang A beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

#### 5.2.3 Anteil organischer Bestandteile und Identifizierung

Die Art und der Anteil organischer Bestandteile der Markierungsfarbe, angegeben in Prozent, muss nach dem in Anhang B beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

#### 5.2.4 Anteil anorganischer Bestandteile und Identifizierung

Die Art und der Anteil anorganischer Bestandteile, angegeben in Prozent, muss nach dem in Anhang C beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

#### 5.2.5 Titandioxidanteil

Der Titandioxidanteil der anorganischen Bestandteile, angegeben in Prozent, muss nach dem in Anhang D beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

#### 5.2.6 Premixpartikel/Glasperlenanteil

Der Premixpartikel- oder Glasperlenanteil, angegeben in Prozent, muss nach dem in Anhang E beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

#### 5.2.7 Für die Identifizierung der Lösemittel

Die Art und der Anteil des Lösemittels der Markierungsfarbe, angegeben in Prozent, muss nach dem in Anhang F beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

#### 5.2.8 Viskosität

Die Viskosität der Markierungsfarbe muss nach dem in Anhang G beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

#### 5.2.9 Aschegehalt

Der Aschegehalt muss nach dem in Anhang H beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

### 5.3 Vorgefertigte Straßenmarkierungen

Die Verfahren für die Identifizierung von vorgefertigten Straßenmarkierungen sind in EN 1790 festgelegt.

### 5.4 Premixpartikel und/oder Glasperlen

#### 5.4.1 Korngrößenbestimmung

Die Bestimmung der Korngröße muss mittels digitaler Bildanalyse oder nach dem in EN 1424 oder EN 1423 festgelegten Verfahren vorgenommen werden.

### 5.5 Toleranzen

Die Toleranzen verhalten sich so wie in Tabelle 1 angegeben.

Die Toleranzen des Herstellers sollten nicht größer als die in Tabelle 1 angegebenen sein.

Falls der Hersteller keine von den Behörden angeforderten Werte oder Parameter angeben kann, die für das Zertifizierungsverfahren erforderlich sind, werden diese Werte oder Parameter von dem durch die Behörden autorisierten Labor bestimmt.

Für die Erstprüfung eines Materials gelten die Toleranzen der vom Hersteller angegebenen Mittelwerte der geprüften Eigenschaften, und die Prüfergebnisse müssen sich innerhalb der auf die Mittelwerte bezüglichen Toleranzwerte bewegen, die in Tabelle 1 angegeben sind.

Liegen die Werte innerhalb der Toleranzgrenzen, dann gelten die anfänglich vom Hersteller angegebenen Werte als verifiziert.

Liegen die Werte außerhalb der Toleranzen, dann gibt es vier Möglichkeiten:

— der Hersteller kann beschließen, dass die Prüfung abgebrochen wird;

- durch Übereinkunft der Beteiligten kann die Prüfung mit denselben Proben wiederholt werden;
- durch Übereinkunft der Beteiligten kann die Prüfung mit neuen Proben wiederholt werden;
- durch Übereinkunft der Beteiligten kann der Hersteller überarbeitete angegebene Werte vorlegen.

**Tabelle 1 — Markierungsfarben, Kaltplastikmassen und Heißplastikmassen**

| Kenngrößen                                                                                                                                                                                                      | Höchste relative Abweichung                                  | Höchste absolute Abweichung                                     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| Feststoffanteil                                                                                                                                                                                                 | –                                                            | $\pm 2$                                                         |
| Dichte                                                                                                                                                                                                          | –                                                            | Markierungsfarbe: $\pm 0,04 \text{ g/cm}^3$                     |
|                                                                                                                                                                                                                 | –                                                            | Kaltplastikmasse: $\pm 0,06 \text{ g/cm}^3$                     |
|                                                                                                                                                                                                                 | –                                                            | Heißplastikmasse: $\pm 0,1 \text{ g/cm}^3$                      |
| Organische Bestandteile                                                                                                                                                                                         | 10 %                                                         | $\pm 2$                                                         |
| Calciumcarbonat                                                                                                                                                                                                 |                                                              | $\pm 3$                                                         |
| Anorganische Bestandteile                                                                                                                                                                                       | –                                                            | $\pm 3$                                                         |
| Titandioxid                                                                                                                                                                                                     | Bei $\text{TiO}_2$ -Anteilen $\geq 10 \%$<br>Toleranz = 10 % | Bei $\text{TiO}_2$ -Anteilen $\leq 10 \%$<br>Toleranz = $\pm 1$ |
| Glasperlen/Premixpartikel <sup>a</sup>                                                                                                                                                                          | 20 %                                                         | $\pm 5$                                                         |
| Lösemittelanteil                                                                                                                                                                                                |                                                              | $\pm 3$                                                         |
| Viskosität                                                                                                                                                                                                      | Kaltplastikmasse: 20 %                                       | Markierungsfarbe: $\pm 10$ Einheiten                            |
| Aschegehalt                                                                                                                                                                                                     | –                                                            | $\pm 3$                                                         |
| <sup>a</sup> Experimentelle Werte, die nur gelten, wenn der Glasperlenanteil $\geq 10 \%$ ist. Es ist nicht möglich, Toleranzen vorzugeben, wenn der prozentuale Anteil an Glasperlen weniger als 10 % beträgt. |                                                              |                                                                 |

Bei der Beurteilung der Identität zweier Infrarotspektren muss kontrolliert werden, ob sämtliche Absorptions-/Transmissionsmaxima vorhanden sind oder zusätzliche auftreten, die sich signifikant von der Basislinie unterscheiden. Die relative Höhe zwischen den Maxima darf sich nicht signifikant verändern.

## 6 Prüfbericht

Nach Abschluss der Prüfungen muss ein Prüfbericht zur Verfügung gestellt werden. Der Prüfbericht muss mindestens das Folgende enthalten: eine Verweisung auf die vorliegende Norm und das Prüfverfahren (Anhang A bis Anhang H); die kritischen Prüfbedingungen; die Angabe der Ergebnisse (wie im entsprechenden Prüfverfahren festgelegt) sowie die zugehörige Unsicherheit (wenn zutreffend).

## Anhang A (normativ)

### Markierungsfarbe – Prüfverfahren zur Bestimmung des Feststoff-/Löse- mittelanteils

#### A.1 Kurzbeschreibung

Die flüchtigen Bestandteile der Markierungsfarbe werden bei 105 °C abgedampft. Die restliche Feststoffmenge wird gewogen und deren Feststoffanteil wird berechnet.

#### A.2 Geräte

a) Porzellanschalen mit einem Durchmesser von 40 mm;

b) Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,001 g, mit Nullpunktkorrektur;

Eine Waage mit niedrigerer Genauigkeit darf verwendet werden, sofern große Proben verwendet werden.

c) Wärmeschrank, mit Zwangsbelüftung und mit flammensicherer Innenauskleidung, beheizbar auf (105 °C ± 2) °C;

d) Exsikkator, mit Trockenmittel (z. B. Silikagel).

#### A.3 Reagenzien

Verdünnung, bestehend aus einem geeigneten Lösemittel/Verdünnung wie vom Hersteller empfohlen.

#### A.4 Durchführung des Verfahrens

**A.4.1** Es sind zwei Bestimmungen vorzunehmen.

**A.4.2** Die Porzellanschälchen sind mit Nummern zu versehen. Die Masse der leeren Schälchen ( $L$ ) wird auf 0,01 g aufgezeichnet. Etwa 2 g der Markierungsfarbe, homogenisiert, sind mit einem Löffel in das Schälchen zu geben. Das Schälchen ist auf 0,01 g zu wägen (Masse  $M_1$ ).

**A.4.3** Die Schälchen mit der Probe sind in einem Wärmeschrank bei einer Temperatur von (105 °C ± 2) °C unterzubringen und dort für mindestens 3 h zu lagern oder bis sich eine konstante Masse eingestellt hat. Eine konstante Masse hat sich eingestellt, wenn der Massenverlust weniger als  $\Delta = 0,2 \%$  beträgt. Das Schälchen ist im Exsikkator auf Raumtemperatur abzukühlen und auf 0,01 g zu wägen.

#### A.5 Prüfergebnis

Der Feststoffanteil der Markierungsfarbe  $S$  ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$S = \frac{100 (M_2 - L_S)}{M_1 - L_S} \quad (\text{A.1})$$

und die Differenz zur Ausgangsmasse ergibt den Lösemittelanteil SC:

$$SC = 100 - S \quad (A.2)$$

Dabei ist

$M_1$  die Anfangsmasse der Markierungsfarbe und des leeren Schälchens, in Gramm;

$M_2$  die Endmasse des Feststoffes einschließlich Schälchen, in Gramm;

$L$  die Masse des leeren Schälchens, in Gramm.

Wenn die Ergebnisse der einzelnen Messungen um mehr als 0,5 % (Massenanteil) voneinander abweichen, ist das Verfahren zu wiederholen. Der Mittelwert der beiden Einzelergebnisse ist zu berechnen und der Lösemittelanteil auf 0,1 % (Massenanteil) gerundet anzugeben.

## Anhang B (normativ)

### Markierungsfarbe, Heiß- und Kaltplastikmasse – Prüfverfahren für die Bestimmung und Identifizierung von organischen Bestandteilen

#### B.1 Kurzbeschreibung

Die organischen Bestandteile werden durch Verbrennung bestimmt. Die Art des Bindemittels von Markierungsfarben und Heißplastikmassen und Kaltplastikmassen wird anhand von IR-Spektren durch IR-Spektrometrie mit einem Kaliumbromidpellet (KBr) oder -fenster identifiziert.

Die flüchtigen Bestandteile der Markierungsfarben und Kaltplastikmassen (Lösemittel und Monomere) werden nach dem in Anhang F beschriebenen Verfahren bestimmt.

Die anorganischen Bestandteile werden für weitere IR-Untersuchungen (Anhang C), Bestimmung des Titandioxidanteils (Anhang D) und des Glasperlen-/Premixanteils (Anhang E) aufbewahrt.

#### B.2 Geräte

- a) Hochgeschwindigkeitszentrifuge, 10 000  $g$ <sup>1)</sup>;
- b) Zentrifugengläser, Stahl- oder Glasröhren, Fassungsvermögen jeweils etwa 80 cm<sup>3</sup>;
- c) Spatel;
- d) Wärmeschrank mit Zwangsbelüftung, beheizbar auf  $(105\text{ °C} \pm 10)\text{ °C}$ ;
- e) Porzellanschalen.
- f) Infrarot-Spektrometer, automatisch aufzeichnendes FTIR-Spektrometer, Bereich 4 000 cm<sup>-1</sup> bis 400 cm<sup>-1</sup> mit einem optischen Auflösungsvermögen über den gesamten Spektralbereich von besser als 5 cm<sup>-1</sup> mit Hilfe einer Ordinate mit einer Skala von 0 % bis 100 % Transmission;
- g) Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,01 g, mit Nullpunktkorrektur;
- h) elektrischer Muffelofen, einstellbar auf  $(450\text{ °C} \pm 25)\text{ °C}$ ;
- i) Exsikkator, mit Trockenmittel (z. B. Silikagel).

#### B.3 Zu verwendende Lösemittel

Folgende Lösemittel sind zu verwenden, sofern es vom Lieferanten nicht anders festgelegt ist:

- für Markierungsfarben mit organischen Lösemitteln: Gemisch aus drei Volumenteilen Toluol (zur Analyse) und einem Volumenteil Aceton (zur Analyse); oder
- für wasserbasierte Markierungsfarben: Tetrahydrofuran;

---

<sup>1)</sup>  $g$  entspricht  $9,81\text{ m} \times \text{s}^{-2}$ .

- für Heißplastikmassen: Gemisch aus drei Volumenteilen Toluol (zur Analyse) und einem Volumenteil Aceton (zur Analyse) oder Methyläthylketon;
- für Heißplastikmassen: Gemisch aus drei Volumenteilen Toluol (zur Analyse) und einem Volumenteil Aceton (zur Analyse) oder Ethylacetat.

## B.4 Durchführung

### B.4.1 Abscheiden der organischen Bestandteile für IR-Untersuchungen:

Eine Probemenge von etwa 5 g ist in das Zentrifugenglas zu wägen.

**B.4.2** Ein Anteil von etwa 5 g der sorgfältig homogenisierten Markierungsfarbe ist in einem Zentrifugenglas unterzubringen. Dann sind etwa 15 g eines geeigneten Lösemittels hinzuzufügen (B.3). Das Zentrifugenglas ist mit einem Stopfen zu verschließen und, nur bei Heißplastikmassen, über Nacht stehen zu lassen. Anschließend ist der Inhalt des Zentrifugenglases gründlich mit einem Spatel umzurühren und das Gemisch ist für 20 min bei 10 000 g bis 15 000 g zu zentrifugieren. Die Flüssigphase ist in ein Probenglas zu dekantieren.

### B.4.3 Darstellung von Spektren

Zum Aufzeichnen des IR-Spektrums des Bindemittels eines Straßenmarkierungsmaterials sind die nach B.4.1 erhaltenen dekantierten Lösungen zu verwenden. Das Fenster der Küvette oder das Kaliumbromidpellet (KBr-Pellet) (beide nachstehend als Pellet bezeichnet) ist gleichmäßig mit einer Probe der Lösung zu benetzen.

Ein zuvor vorbereitetes Pellet ist in die bei der betreffenden Extraktion erhaltene Flüssigkeit einzutauchen und gleichmäßig mit einer Probe der Lösung zu benetzen. Während das Lösemittel verdunstet, wird das Pellet untersucht, damit sichergestellt ist, dass die gebildete Schicht gleichmäßig und homogen ist. Es darf keine Inhomogenitäten oder Vereinzelnungen geben. Um das Lösemittel vollständig zu entfernen, ist das benetzte Pellet in einem auf etwa 60 °C eingestellten Wärmeschrank solange zu lagern, bis keine Bande des Lösemittels mehr erkennbar sind.

Das Pellet ist im Probenhalter des IR-Spektrometers zu befestigen und das IR-Spektrum ist aufzuzeichnen. Die Aufzeichnung ist als Vergleichsmittel aufzubewahren.

Ist die Intensität des Spektrums zu schwach, ist das Pellet ein zweites Mal in die Lösung einzutauchen, zu trocknen und erneut zu prüfen. Das Verfahren ist so oft zu wiederholen, bis ein Spektrum erzeugt wird, bei dem die stärksten Bande eine Intensität von 5 % bis 15 % Transmittanz haben. Ist die Intensität zu stark, muss sie mit einem geeigneten Lösemittel abgeschwächt werden.

Das Spektrum ist so aufzuzeichnen, dass die stärksten Absorptionen eine Transmittanz zwischen 5 % und 15 % haben. Die für die Bewertung der Spektren geeignete Schichtdicke ist empirisch zu bestimmen.

### B.4.4 Weiterverarbeitung der Asche:

Die organischen Bestandteile sind bei  $(450\text{ °C} \pm 25)\text{ °C}$  in einem Muffelofen zu veraschen und der Masseverlust ist zu ermitteln. Der Ascherückstand ist bei der Bestimmung des Titandioxidanteils in Anhang D (Ausgangsmasse  $M_4$ ), der anorganischen Bestandteile in Anhang C und der Premix-/Glasperlenanteile in Anhang E einzusetzen.

Es sind zwei Bestimmungen durchzuführen.

Die Porzellanschälchen sind mit Nummern zu versehen (Graphitstift). Eine leere Dose ist auf 0,01 g gerundet zu wägen ( $W_1$ ). Ein Anteil von etwa 10-20 g der sorgfältig homogenisierten Markierungsfarbe ist in einem Zentrifugenglas unterzubringen und sofort zu wägen ( $W_2$ ). Die Porzellanschalen sind anschließend in dem Muffelofen zu platzieren und die Temperatur ist auf  $(450\text{ °C} \pm 25)\text{ °C}$  zu erhöhen. Die Schalen sind mindestens 4 h lang im Muffelofen zu belassen oder bis die Massenkonzanz erreicht ist. Die Schale mit dem Rückstand ist zu entnehmen, im Exsikkator abkühlen zu lassen und erneut zu wägen ( $W_3$ ).

Die Bestimmung sollte in einem einwandfrei funktionierenden Abzug vorgenommen werden.

## **B.5 Prüfergebnisse**

Der organische Anteil (OC) wird anhand des Massenanteils der anorganischen Anteile (Verbrennungsrückstand IC) in Prozent berechnet und ist für Heißplastikmasse, Kaltplastikmasse und Markierungsfarben nach folgender Gleichung zu bestimmen:

$$IC = \frac{W_3}{W_2 - W_1} \times 100 \quad (\text{B.1})$$

und

$$OC = 100 - I \quad (\text{B.2})$$

Dabei ist

$W_1$  die Masse des leeren Zentrifugenglases, in Gramm;

$W_2$  die Masse des Zentrifugenglases und der Probe, in Gramm;

$W_3$  die Masse des Zentrifugenglases und der Rückstände, in Gramm.

Wenn die Ergebnisse der einzelnen Bestimmungen des Anteils an organischen oder anorganischen Bestandteilen um mehr als 0,5 % (Massenanteil) vom Mittelwert abweichen, ist das Verfahren zu wiederholen. Der Mittelwert der beiden Einzelergebnisse ist zu berechnen, und der Bindemittelanteil ist auf 0,1 % (Massenanteil) gerundet anzugeben.

Der Anteil an nicht-flüchtigen organischen Verbindungen (Bindemittel und Zusatzstoffe, NVO), in %, ergibt sich aus der Differenz:

$$NVO = OC - SC \quad (\text{B.3})$$

Dabei ist

$SC$  ist der nach Anhang A, A.5 ermittelte Lösemittelanteil.

## Anhang C (normativ)

### Markierungsfarbe, Heiß- und Kaltplastikmasse – Prüfverfahren für die Bestimmung und Identifizierung von anorganischen Bestandteilen

#### C.1 Kurzbeschreibung

Für die Identifizierung werden die nach Anhang B.4.3 erhaltenen anorganischen Bestandteile eingesetzt.

Falls Glasperlen und Griffigkeitsmittel enthalten sind, werden die Pigmente und Füllstoffe mit einem Standardsieb abgetrennt. Für Heißplastikmasse und Kaltplastikmasse Standardsieb und Auffangschale, Maschenweite 0,090 mm;

Für Markierungsfarben Maschenweite 0,045 mm.

Die Pigmente und Füllstoffe werden mittels IR-Analyse mit einem KBr-Pellet bestimmt.

Außerdem werden diese Bestandteile für die Bestimmung des Titandioxidanteils, beschrieben in Anhang D, eingesetzt.

Für die Bestimmung der Carbonate, angegeben als Calciumcarbonat, wird ein Teil des in B.4.3 erhaltenen Rückstands in einem Muffelofen bis auf 1 000 °C erhitzt. Der Masseverlust wird zur Berechnung des Carbonatgehalts herangezogen.

#### C.2 Geräte

- a) Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,01 g, mit Nullpunktkorrektur;
- b) Standardsieb und Auffangschale, Maschenweite 0,045 mm oder 0,090 mm;
- c) Achatmörser und Pistill;
- d) Exsikkator mit einem Trockenmittel, z. B. Silikagel;
- e) Infrarot-Spektrometer, automatisch aufzeichnendes FTIR-Spektrometer, Bereich  $4\,000\text{ cm}^{-1}$  bis  $400\text{ cm}^{-1}$ ;
- f) Presse;
- g) Pressform für die Herstellung von Pellets;
- h) elektrischer Muffelofen, einstellbar auf eine Temperatur von  $(1\,000\text{ °C} \pm 20)\text{ °C}$ ;
- i) Porzellanschalen.

#### C.3 Reagenz

Kaliumbromid in chromatographischer Qualität.

## **C.4 Durchführung des Verfahrens**

Es sind zwei Bestimmungen vorzunehmen.

**C.4.1** Falls Glasperlen und Griffigkeitsmittel enthalten sind, werden die Pigmente und Füllstoffe mit einem Standardsieb und Auffangschale, Maschenweite 0,045 mm oder 0,090 mm, abgetrennt. Falls der Premix-Anteil bestimmt werden muss, ist das Sieb zuerst im leeren Zustand zu wiegen ( $M_s$ ; verwendet in Anhang E).

Die Pigmente und Füllstoffe werden im Achatmörser pulverisiert. Es muss ein homogenes Gemisch entstehen, das für die Zusammensetzung der anorganischen Bestandteile in der Probe repräsentativ ist.

Es ist eine repräsentative Probe mit der erforderlichen Menge zu nehmen und diese Probe ist im Achatmörser mit ungefähr 200 mg KBr zu vermischen, um aus dem Gemisch ein Pellet zu formen. Vom Pellet ist ein IR-Spektrum aufzuzeichnen. Dieses Spektrum ist für Vergleichszwecke aufzubewahren.

Es ist zu beachten, dass das Verhältnis zwischen Probe und KBr typischerweise 1 % beträgt, dieses Verhältnis muss jedoch für einige Stoffe möglicherweise angepasst werden, um ein aussagekräftiges Spektrum zu erhalten.

Werden die Pellets nicht sofort für die Aufzeichnung des IR-Spektrums eingesetzt, sind sie über einem Trockenmittel in einem Exsikkator aufzubewahren.

Das Spektrum ist so aufzuzeichnen, dass die stärksten Absorptionsbande eine Transmittanz zwischen 5 % und 15 % haben. Liegen die Absorptionsintensitäten nicht innerhalb dieses Bereichs, muss die Probemenge, die für die Bewertung geeignet ist, empirisch ermittelt werden und es muss ein neues Spektrum aufgezeichnet werden.

### **C.4.2 Bestimmung der Carbonate**

Die Porzellanschale ist zu wiegen ( $M_0$ ), dann sind 3 g bis 6 g vom in B.4.3 erhaltenen Rückstand hinzuzufügen und die Schale ist erneut zu wiegen ( $M_1$ ). Die Porzellanschale wird im elektrisch beheizten Muffelofen für 2 h bei  $(1\,000\,^{\circ}\text{C} \pm 20)\,^{\circ}\text{C}$  erhitzt; dann ist sie herauszunehmen und im Exsikkator abkühlen zu lassen, schließlich ist sie erneut zu wiegen ( $M_2$ ).

## **C.5 Berechnung und Auswertung (Carbonatgehalt als Teil der anorganischen Bestandteile)**

Das Ergebnis ist als arithmetischer Mittelwert der beiden Bestimmungen anzugeben, berechnet nach folgender Gleichung als prozentualer Anteil der Ausgangsmasse  $M_1 - M_0$  der Probemenge:

$$\frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100 \times 2,274 \quad (\text{C.1})$$

Dabei ist

2,274 = stöchiometrischer Faktor.

## Anhang D (normativ)

### Markierungsfarbe, Heiß- und Kaltplastikmasse – Prüfverfahren für die Bestimmung des Titan(IV)-oxidanteils im anorganischen Bestandteil

#### D.1 Kurzbeschreibung

Die anorganischen Bestandteile (erhalten nach dem in Anhang B festgelegten Verfahren) werden in konzentrierter Schwefelsäure und Ammoniumsulfat gelöst. Dann wird Titan(IV) mit Aluminium nach Rahm<sup>2)</sup> reduziert und durch Titration mit Fe(III)-Lösung und Kaliumthiocyanat (Kaliumrhodanid) als Indikator bestimmt.

#### D.2 Geräte

- a) Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,001 g, mit Nullpunktkorrektur;
- b) Exsikkator, mit Trockenmittel (z. B. Silikagel);
- c) zwei Erlenmeyerkolben aus hitzebeständigem Glas mit Schliffhals und Stopfen (45/40) und einem Fassungsvermögen von 250 ml bis 300 ml;
- d) Heizplatte mit 350 °C;
- e) Wasserbad, zur Kühlung des Reaktionsgemisches;
- f) Bürette, mit einem Verschlussstopfen aus Polytetrafluorethylen, mit 0,1-ml-Skaleneinteilung, Nullpunkt-einstellung und 50-ml-Vorratsbehälter;
- g) Göckel-Ventil, Standard-Schliff 45/40;
- h) Spritzflasche, mit destilliertem Wasser.

#### D.3 Reagenzien

- a) Schwefelsäure ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), zur Analyse, konzentriert, Dichte 1,84 g/ml;
- b) Ammoniumsulfat  $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ ;
- c) Salzsäure (HCl), zur Analyse, 25%ig;
- d) Aluminium-Streifen (Al), zur Analyse;
- e) Ammonium Eisen(III)-sulfat  $\{[(\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]12 \text{H}_2\text{O}\}$  in  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;
- f) Kaliumthiocyanat (KSCN), zur Analyse;
- g) Natriumhydrogencarbonat ( $\text{NaHCO}_3$ );
- h) Titan(IV)-oxid ( $\text{TiO}_2$ ) (Titandioxid), zur Analyse, verwendet als Primärstandard für die Einstellung des Faktors der Ammonium Eisen(III)-sulfatlösung;
- i) Siedeperlen.

---

2) J.A. Rahm – Anal. Chem. – 24, 1832 (1952)

## D.4 Herstellung der Lösungen

**D.4.1** Aufschlusssäure: 500 g Ammoniumsulfat (zur Analyse) sind unter Erwärmen in 740 ml konzentrierter Schwefelsäure, analysenrein, zu lösen. Alternativ sind 8 g Ammoniumsulfat (zur Analyse) und die Säure jeder Probe separat zuzugeben.

**D.4.2** Ammoniumeisen(III)-sulfatlösung: 30,7 g  $[(\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]12\text{H}_2\text{O}$  sind in destilliertem Wasser zu lösen; 25 ml konzentrierte Schwefelsäure (zur Analyse) sind zu der Lösung hinzuzufügen, die mit destilliertem Wasser auf 1 000 ml aufzufüllen ist. Die Molarität der Lösung muss 0,064 betragen.

Der Faktor der Lösung ist mit  $\text{TiO}_2$  als Primärstandard einzustellen (1 ml Ammoniumeisen(III)-sulfatlösung muss 5,087 mg  $\text{TiO}_2$  äquivalent sein). Dazu sind 0,15 g geglühtes  $\text{TiO}_2$  (zur Analyse) in etwa 15 ml Aufschlusssäure zu lösen. Das Verfahren ist dann wie in D.5.2 und D.5.3 beschrieben fortzusetzen.

**D.4.3** Kaliumthiocyanatlösung: eine 10%ige Lösung von Kaliumthiocyanat in destilliertem Wasser (10 g  $\text{KSCN}$  + 90 g destilliertes Wasser).

**D.4.4** Natriumhydrogencarbonatlösung: durch Hinzufügen von 100 g  $\text{NaHCO}_3$  (zur Analyse) zu 1 l destilliertem Wasser ist eine gesättigte Natriumhydrogencarbonatlösung herzustellen. Nachdem sich das  $\text{NaHCO}_3$  aufgelöst hat, ist die Lösung zu filtrieren, damit das Syphonrohr des Göckel-Ventils nicht durch überschüssiges Salz verstopft werden kann.

## D.5 Durchführung

### D.5.1 Allgemeines

Es sind zwei Bestimmungen vorzunehmen.

### D.5.2 Vorbereitung der Probe und Reduktion von $\text{TiO}_2$

Zum Bestimmen des Massenanteils der anorganischen Bestandteile einer Einkomponentenfarbe (oder der Basiskomponente eines Mehrkomponentensystems) an Titandioxid ( $\text{TiO}_2$ ) ist der Ascherückstand der Probe zu verwenden, der nach dem in Anhang B festgelegten Verfahren erhalten und an einem vor Feuchtigkeit geschützten Ort gelagert wurde.

Wenn reflektierende Materialien oder Griffigkeitsmittel vorhanden sind, ist es ratsam diese zu zermahlen, um die Homogenität zu verbessern.

Es sind 250 mg des in B.4.3 erhaltenen Ascherückstands zu wiegen ( $M_4$ ). Es sind 25 ml Aufschlusssäure (oder 8 g Ammoniumsulfat und 25 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  separat) hinzuzugeben. Der Ascherückstand ist mindestens 10 min durch Kochen mit Siedeperlen auf der Heizplatte bei 350 °C aufzuschließen. Nach dem Abkühlen sind zunächst 50 ml verdünnte Salzsäure ( $\text{HCl}$ ) und anschließend 2 g Aluminiumstreifen ( $\text{Al}$ ) zum Gemisch hinzuzufügen. Der Kolben ist sofort mit einem mit gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung ( $\text{NaHCO}_3$ ) gefüllten Göckel-Ventil zu verschließen.

Im Göckel-Ventil sollten sich keine festen Phasen befinden, damit das Syphonrohr des Ventils nicht verstopfen kann; andernfalls kann das Gerät durch das entstehende Gas explodieren.

Die Säuren im Kolben lösen das Aluminium unter Freisetzung von Wasserstoff. In der Nähe des Kolbens dürfen sich keine offenen Flammen befinden.

Wenn das Aluminium mit der Säure reagiert, wird Titan(IV) zu Titan(III) reduziert. Wenn kein Gas erzeugt wird, ist das Reduktionsgemisch vorsichtig zu erwärmen. Sobald Gas erzeugt wird, ist die Reaktion zu verlangsamen und durch Kühlen des Kolbens im Wasserbad unter Kontrolle zu halten. Sobald der Kolben abgekühlt ist, kann  $\text{NaHCO}_3$  aus dem Göckel-Ventil in den Kolben gesaugt werden, wobei unmittelbar Kohlendioxid freigesetzt wird, das als Schutzgas dient. Titan(III) ist oxidationsempfindlich und oxidiert bereits mit atmosphärischem Sauerstoff. Um unkontrollierte Oxidation von Titan(III) zu verhindern, darf kein Sauerstoff in den Kolben gelangen. Das Göckel-Ventil muss deshalb ständig mit Natriumhydrogencarbonatlösung gefüllt sein. Nachdem sich das Aluminium weitgehend gelöst hat, ist das Gemisch vorsichtig zum Kochen zu bringen und solange zu kochen, bis sich das Aluminium vollständig aufgelöst hat. Der Kolben ist dann vorsichtig im Wasserbad abzukühlen, wobei die Natriumhydrogencarbonatlösung in den Kolben gesaugt und so sichergestellt wird, dass der Kolben mit schützendem Kohlendioxid ( $\text{CO}_2$ ) gefüllt ist.

Sowohl das Aufschließen der Rückstände im Kolben mit konzentrierter Schwefelsäure als auch das Reduktionsverfahren sollten unter einem gut funktionierenden Laborabzug durchgeführt werden.

### D.5.3 Titration

Nachdem das Reduktionsgemisch abgekühlt ist, ist das Göckel-Ventil vom Kolben abzunehmen und die Schliffflächen des Ventils und des Kolbens mit ein wenig destilliertem Wasser abzuspolen.

ANMERKUNG Dabei und während der anschließenden Titration ist es ratsam, ein Schutzgas ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2$  oder ein Edelgas) in den Kolben einzuleiten.

Unmittelbar anschließend sind etwa 5 ml Kaliumthiosulfatlösung zu der Lösung hinzuzufügen, die sich wegen der Reduktion violett färbt. Dann ist sofort die Titration mit der Ammoniumeisen(III)-sulfatlösung vorzunehmen. Gegen Ende der Titration verlangsamt sich die Reaktion, was bedeutet, dass der Titrant nur noch tropfenweise hinzuzufügen ist. Der Endpunkt ist erreicht, sobald die schwach rotbraune Färbung mindestens eine Minute bestehen bleibt. Die Menge an Ammoniumeisen(III)-sulfatlösung, die für das Erreichen des Endpunktes hinzugefügt werden musste (z. B. 0,05 ml), ist von der Menge der verbrauchten Lösung abzuziehen. Das Volumen der verbrauchten Titrationslösung ( $V$ ), in Milliliter, ist aufzuzeichnen.

### D.5.4 Prüfergebnis

Der Titandioxidanteil  $T$ , in % (Massenanteil), ist aus dem Verbrauch an Ammoniumeisen(III)-sulfatlösung nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$T = \frac{100 (V \times N \times F)}{M_4} \quad (\text{D.1})$$

Dabei ist

$V$  das Volumen der Ammoniumeisen(III)-sulfatlösung, in ml;

$M_4$  die Ausgangsmasse der anorganischen Komponenten;

$N$  das  $\text{TiO}_2$ -Äquivalent der Ammoniumeisen(III)-sulfatlösung;

$F$  der Faktor der Ammoniumeisen(III)-sulfatlösung, sofern vorhanden.

Wenn sich die Ergebnisse der einzelnen Messungen um mehr als 0,5 % (Massenanteil) voneinander unterscheiden, ist das Verfahren zu wiederholen. Der Mittelwert der beiden Einzelergebnisse ist zu berechnen, und der Titan(IV)-oxidanteil ist auf 0,1 % (Massenanteil) gerundet anzugeben.

ANMERKUNG Photometrische, potentiometrische, farbmétrische und XRF (Röntgen-Fluoreszenz)-Analyseverfahren haben ergeben, dass zwischen diesen Verfahren ein guter Zusammenhang besteht.