

DIN EN ISO 1247-1



ICS 87.060.10

Entwurf

Einsprüche bis 2023-04-03

Vorgesehen als
teilweiser Ersatz für
DIN 55923:1983-02**Aluminium-Pigmente für Beschichtungsstoffe –
Teil 1: Allgemeine Aluminium-Pigmente (ISO 1247-1:2021);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 1247-1:2023**

Aluminium pigments for paints –
Part 1: General aluminium pigments (ISO 1247-1:2021);
German and English version prEN ISO 1247-1:2023

Pigments d'aluminium pour peintures –
Partie 1: Pigments d'aluminium généraux (ISO 1247-1:2021);
Version allemande et anglaise prEN ISO 1247-1:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-02-03 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 bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an npf@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, 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 63 Seiten

DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF)

Nationales Vorwort

Das Dokument (prEN ISO 1247-1:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 256 „Pigments, dyestuffs and extenders“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 298 „Pigmente und Füllstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 078-00-07 AA „Pigmente und Füllstoffe in Beschichtungen, Kunststoffen, Papier und Druckfarben“ im DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF).

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.

DIN EN ISO 1247 besteht unter dem allgemeinen Titel *Pigmente und Füllstoffe (NPF)* aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: *Allgemeine Aluminium-Pigmente*
- Teil 2: *Vakuummetallisierte Aluminiumpaste*

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

ISO 385	siehe	DIN EN ISO 385
ISO 648	siehe	DIN EN ISO 648
ISO 787 (all parts)	siehe	DIN EN ISO 787 (alle Teile)
ISO 1042	siehe	DIN EN ISO 1042
ISO 1247-2	siehe	DIN EN ISO 1247-2*
ISO 1514	siehe	DIN EN ISO 1514
ISO 3251	siehe	DIN EN ISO 3251
ISO 3696	siehe	DIN EN 23696
ISO 4618:2014	siehe	DIN EN ISO 4618:2014
ISO 9277	siehe	DIN ISO 9277
ISO 13320	siehe	DIN ISO 13320
ISO 15528	siehe	DIN EN ISO 15528
ISO/CIE 11664-4	siehe	DIN EN ISO/CIE 11664-4
ISO 18314-2	siehe	DIN EN ISO 18314-2
ISO 18451-1	siehe	DIN EN ISO 18451-1
ISO 18451-2	siehe	DIN EN ISO 18451-2

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN 55923:1983-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Inhalte der Internationalen Normen ISO 1247-1 und ISO 1247-2 wurden unverändert übernommen;

* Zur Zeit in Bearbeitung.

- b) der Inhalt von DIN 55923 wurde in DIN EN ISO 1247-1 für Aluminiumpigmente und DIN EN ISO 1247-2 für Aluminiumpasten aufgeteilt.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 385, *Laborgeräte aus Glas — Büretten*

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN EN ISO 787 (alle Teile), *Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe*

DIN EN ISO 1247-2, *Aluminium-Pigmente für Beschichtungsstoffe — Teil 2: Vakuummetallisierte Aluminiumpaste*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Meßkolben*

DIN EN ISO 1514, *Beschichtungsstoffe — Norm-Probenplatten*

DIN EN ISO 3251, *Beschichtungsstoffe und Kunststoffe — Bestimmung des Gehaltes an nichtflüchtigen Anteilen*

DIN EN ISO 4618, *Beschichtungsstoffe — Begriffe (ISO 4618:2014); Dreisprachige Fassung EN ISO 4618:2014*

DIN EN ISO/CIE 11664-4, *Farbmetrik — Teil 4: CIE 1976 L*a*b* Farbraum*

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

DIN EN ISO 18314-2, *Analytische Farbmessung — Teil 2: Saunderson-Korrektur, Lösungen der Kubelka-Munk-Gleichung, Farbstärke, Farbtiefe, Deckvermögen*

DIN EN ISO 18451-1, *Pigmente, Farbstoffe und Füllstoffe — Begriffe — Teil 1: Allgemeine Begriffe*

DIN EN ISO 18451-2, *Pigmente, Farbstoffe und Füllstoffe — Begriffe — Teil 2: Einteilung nach koloristischen und chemischen Gesichtspunkten*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 9277, *Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Festkörpern mittels Gasadsorption — BET-Verfahren*

DIN ISO 13320, *Partikelgrößenanalyse — Laserbeugungsverfahren*

**Aluminium-Pigmente für Beschichtungsstoffe – Teil 1: Allgemeine
Aluminium-Pigmente (ISO 1247-1:2021)**

Aluminium pigments for paints – Part 1: General aluminium pigments (ISO 1247-1:2021)

Pigments d'aluminium pour peintures – Partie 1: Pigments d'aluminium généraux (ISO 1247-1:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Beschreibung	9
5 Einteilung	9
6 Anforderungen und Prüfverfahren	9
7 Probenahme	10
8 Bestimmung des Gehaltes an nichtflüchtigen Anteilen	10
8.1 Prüfeinrichtung	10
8.2 Durchführung	11
8.2.1 Anzahl der Bestimmungen	11
8.2.2 Probenmenge	11
8.2.3 Bestimmung	11
8.3 Auswertung	11
9 Bestimmung des Gehaltes an in organischen Lösemitteln löslichen Anteilen	12
10 Vergleich des Aussehens	14
10.1 Probenmenge	14
10.2 Bewertung	14
11 Bestimmung des Siebrückstandes	14
11.1 Reagenzien	14
11.2 Geräte	14
11.3 Durchführung	15
11.3.1 Probenmenge	15
11.3.2 Bestimmung	15
11.4 Auswertung	15
12 Bestimmung der Deckfähigkeit auf Wasser	15
12.1 Kurzbeschreibung	15
12.2 Reagenzien	16
12.3 Geräte	16
12.4 Vorbehandlung der Probe	17
12.5 Vorbereitung der Wanne	17
12.6 Durchführung	17
12.6.1 Probenmenge	17
12.6.2 Bestimmung	17
12.7 Auswertung	18
12.8 Präzision	19
12.8.1 Wiederholpräzision	19
12.8.2 Vergleichpräzision	19
13 Bestimmung des Leafing-Vermögens	19
13.1 Reagenzien	19
13.2 Geräte	19
13.3 Durchführung	20
13.3.1 Probenmenge	20
13.3.2 Bestimmung	20
13.4 Auswertung	21
13.5 Präzision	22
13.5.1 Wiederholpräzision	22
13.5.2 Vergleichpräzision	22

14	Bestimmung des Wassergehaltes	22
14.1	Allgemeines	22
14.2	Elektrometrisches Titrationsverfahren	22
14.3	Visuelles Titrationsverfahren	22
14.4	Auswertung	22
15	Bestimmung von Blei (spektrophotometrisches Verfahren)	23
15.1	Reagenzien	23
15.2	Geräte	24
15.3	Durchführung	24
15.3.1	Probenmenge	24
15.3.2	Blindversuch	24
15.3.3	Bestimmung	24
16	Bestimmung des Deckvermögens	25
16.1	Geräte und Materialien	25
16.2	Durchführung	25
17	Bestimmung von metallischen Verunreinigungen mit der Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie	25
17.1	Bestimmungsbereich	25
17.2	Kurzbeschreibung	25
17.3	Reagenzien	26
17.4	Geräte	27
17.5	Durchführung	27
17.5.1	Probenmenge	27
17.5.2	Blindversuch	27
17.5.3	Vorbereitung der Probe	27
17.5.4	Behandlung der verschiedenen Elemente in der Probe	28
17.5.5	Spektrometrische Messung	28
17.5.6	Auswertung	29
18	Prüfbericht	29
	Literaturhinweise	30

Bilder

Bild 1 — Darstellung einer Wanne zur Bestimmung der Deckfähigkeit auf Wasser	16
Bild 2 — Beispiele für die Messung der durch das Pigment abgedeckten Fläche	21

Tabellen

Tabelle 1 — Anforderungen und Prüfverfahren	10
---	----

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 1247-1:2021 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 256 „Pigments, dyestuffs and extenders“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und wurde als prEN ISO 1247-1:2023 vom Technischen Komitee CEN/TC 298 „Pigmente und Füllstoffe“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 1247-1:2021 wurde von CEN als prEN ISO 1247-1:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Directives, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Directives, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 256, *Pigments, dyestuff and extenders* erarbeitet.

Diese erste Ausgabe von ISO 1247-1 zusammen mit ISO 1247-2 ersetzt ISO 1247:1974, die technisch überarbeitet wurde. Sie enthält auch die Änderung ISO 1247:1974/Amd 1:1982.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- eine Einleitung wurde hinzugefügt, in der die Gründe für die Aufteilung dargelegt werden;
- Abschnitt 3, Begriffe, wurde hinzugefügt und die Begriffe „nichtflüchtiger Anteil“ und „Deckvermögen“ wurden aufgenommen;
- in Abschnitt 4 und Abschnitt 5 wurde eine Unterscheidung zwischen oberflächenbehandelten und nicht oberflächenbehandelten Aluminiumpigmenten eingeführt;
- der frühere Unterabschnitt 4.2, Klassen, wurde gestrichen;
- „Gehalt an bei 105 °C flüchtigen Anteilen“ wurde durch „Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen“ ersetzt;
- der frühere Abschnitt 6, Verpackung, wurde gestrichen;
- Abschnitt 7, Probenahme, wurde auf eine Verweisung auf ISO 15528 reduziert;

- die Anforderungen und Prüfverfahren für die „spezifische Oberfläche des Pigments“, die „Teilchengrößenverteilung“ und das „Deckvermögen“ sowie die entsprechenden Prüfverfahren wurden in Tabelle 1 hinzugefügt, und die Tabelle 1 wurde in „Anforderungen und Prüfverfahren“ umbenannt;
- das Prüfverfahren für „Mangan“ wurde aus den metallischen Verunreinigungen in Tabelle 1 gestrichen;
- die Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie wurde zur Bestimmung von metallischen Verunreinigungen eingeführt;
- der frühere Abschnitt 13, Prüfung auf Ausbleiben des Aufschwimmens, wurde gestrichen;
- die Tabelle 3, Probenmengen, wurde gestrichen;
- Abschnitt 16, Bestimmung des Deckvermögens, wurde hinzugefügt;
- die normativen Verweisungen wurden aktualisiert und der Text wurde redaktionell überarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 1247 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Seit Beginn des neuen Jahrtausends ist mit dem Fortschritt in Technologie und Produktentwicklung ein Boom neuartiger Aluminiumpigmente zu verzeichnen, die als hitzebeständige oder nichtrostende Beschichtungen oder als Farbstoffe in vielen Industriezweigen Anwendung finden. Aluminiumpigmente lassen sich nach ihrer Form sinnvoll in zwei Gruppen einteilen: allgemeine Aluminiumpigmente, die im Mahlverfahren hergestellt werden, und vakuummetallisierte Aluminiumpigmente (VMP, en: vacuum metallized aluminium pigments) (siehe ISO 1247-2). Da die technischen Anforderungen für Aluminiumpigmente, die in verschiedenen Bereichen eingesetzt werden, unterschiedlich sind, ist es notwendig, für jede der beiden Gruppen eine internationale Norm zu entwickeln.

Um den Anforderungen bei der Vermarktung von Aluminiumpigmenten gerecht zu werden, werden in diesem Dokument Merkmale wie „Teilchengrößenverteilung“ und „Deckvermögen“ sowie die entsprechenden Prüfverfahren eingeführt.

Um die Sicherheit der Aluminiumpigmente zu verbessern, wurden die organischen Lösemittel und Hilfsstoffe mit niedrigem Flammpunkt durch Reagenzien mit hohem Flammpunkt ersetzt, „Gehalt an bei 105 °C flüchtigen Anteilen“ wurde durch „Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen“ ersetzt, für die Prüfverfahren nach ISO 3251 entwickelt wurden.

Die Vorgängerausgabe (d.h. ISO 1247:1974) verwendet verschiedene spektrophotometrische Verfahren zur Bestimmung des Blei-, Eisen- und Kupfergehaltes und das Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA)-Titrationsverfahren zur Bestimmung von Zink. Diese Verfahren sind umständlich in der Handhabung. Das Verfahren zur Bestimmung von Blei erfordert den Einsatz von Kaliumcyanat, einem hochgiftigen Mittel, das seit den 1990er Jahren nur noch selten verwendet wird, und das Verfahren zur Bestimmung von Zink ist nur bei Proben mit einem Gesamtzinkgehalt von mindestens 0,10 % anwendbar und entspricht nicht dem Status quo der Aluminiumpigmentindustrie. Während diese veralteten Verfahren in diesem Dokument beibehalten werden, wird die Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie als neue Option für die Bestimmung der zuvor genannten metallischen Verunreinigungen eingeführt. Dieses Verfahren ist schneller, bedienungsfreundlich, hat einen größeren Nachweisbereich und erfreut sich immer größerer Beliebtheit.

Um möglichst wenige toxische Reagenzien zu verwenden, wird in diesem Dokument 2-Butoxyethanol oder n-Butylacetat anstelle von Aceton eingesetzt, das als Material, das zur Herstellung illegaler Drogen verwendet werden kann, in vielen Ländern verboten oder Beschränkungen unterworfen ist.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Anforderungen und die entsprechenden Prüfverfahren für Aluminiumpigmente fest, die zur Verwendung in pigmentierten Beschichtungsstoffen geeignet sind, einschließlich

- a) allgemeine, dekorative und Schutzlacke, und
- b) spezielle Decklacke.

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).

ISO 385, *Laboratory glassware — Burettes*

ISO 648, *Laboratory glassware — Single-volume pipettes*

ISO 793, *Aluminium and aluminium alloys — Determination of iron — Orthophenanthroline photometric method*

ISO 795, *Aluminium and aluminium alloys — Determination of copper content — Oxalyldihydrazide photometric method*

ISO 808, *Aluminium and aluminium alloys — Determination of silicon — Spectrophotometric method with the reduced silicomolybdic complex*

ISO 1042, *Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks*

ISO 1784, *Aluminium alloys — Determination of zinc — EDTA titrimetric method*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 9277, *Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption — BET method*

ISO 13320, *Particle size analysis — Laser diffraction methods*

ISO 15528, *Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes — Sampling*

ISO 18451-1, *Pigments, dyestuffs and extenders — Terminology — Part 1: General terms*

ISO 18451-2, *Pigments, dyestuffs and extenders — Terminology — Part 2: Classification of colouring materials according to colouristic and chemical aspects*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 18451-1 und ISO 18451-2 und die folgenden Begriffe.

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

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

nichtflüchtiger Anteil

nfA

Massenrückstand, der nach Verdunsten unter festgelegten Bedingungen erhalten wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Anstelle des Fachausdruckes „nichtflüchtiger Anteil“ werden unterschiedliche Benennungen wie Festkörper, Trockenrückstand, Einbrennrückstand, zusammen mit den entsprechenden Abkürzungen verwendet. Anstelle dieser Benennungen sollte ausschließlich der Fachausdruck „nichtflüchtiger Anteil“, wie er auch in ISO 3251 verwendet wird, zusammen mit der Abkürzung „nfA“ verwendet werden.

[QUELLE: ISO 4618:2014, 2.176]

3.2

Deckvermögen

Fähigkeit einer Beschichtung, die Farbe oder Farbunterschiede eines Substrates zu verdecken

[QUELLE: ISO 18314-2:2015, 2.1.6]

4 Beschreibung

Aluminiumpigmente bestehen aus fein verteiltem Aluminiummetall. Die Teilchen des Aluminiummetalls sind bei mikroskopischer Betrachtung lamellenförmig. Sie werden in der Regel nach der vorherrschenden Lamellenform in „Cornflake“ (Lamellen mit überwiegend gezackter und ungleichmäßiger Lamellenform) und „Silverdollar“ (Lamellen mit überwiegend runder und glatter Oberfläche) unterteilt.

Das Produkt darf pulver- oder pastenförmig vorliegen und kann Leafing- oder Non-Leafing-Eigenschaften aufweisen, und die Oberfläche der Aluminiumflocken darf unbehandelt oder durch technische Bearbeitung behandelt sein.

Glimmer und andere Verunreinigungen dürfen nicht vorhanden sein. Ergibt sich beim Auflösen der Probe in Salzsäure nach 15.3.3 ein fettfreier Rückstand, muss der Rückstand untersucht werden.

5 Einteilung

Dieses Dokument umfasst folgende vier Typen von allgemeinen Aluminiumpigmenten:

- Typ 1: Aluminiumpulver, Leafing, unbehandelte oder behandelte Oberfläche;
- Typ 2: Aluminiumpaste, Leafing, unbehandelte oder behandelte Oberfläche;
- Typ 3: Aluminiumpulver, Non-Leafing, Oberfläche unbehandelt oder behandelt;
- Typ 4: Aluminiumpaste, Non-Leafing, Oberfläche unbehandelt oder behandelt.

ANMERKUNG Unbehandelt bezieht sich auf Aluminiumpigmente in gemahlener Form mit den erforderlichen Mahlmitteln. Behandelt bezieht sich auf ein zusätzliches Verfahren zur Veränderung der Aluminiumoberfläche, um die Pigmente zu schützen, z. B. Einkapselung.

6 Anforderungen und Prüfverfahren

Das Material muss die in der entsprechenden Spalte der Tabelle 1 angegebenen Eigenschaften aufweisen.

Die im Pastenpigment enthaltene Flüssigkeit muss zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden.

Tabelle 1 — Anforderungen und Prüfverfahren

Eigenschaft	Anforderung nach Typ				Prüfverfahren
	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 4	
Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen, % Massenanteil	min. 99,0	min. 25,0	min. 99,0	min. 25,0	Abschnitt 8
Gehalt an in organischen Lösemitteln löslichen Anteilen, % Massenanteil ^b	max. 6,0	max. 4,0	max. 1,5	max. 6,0	9.1 (Typ 1 und Typ 2) und 9.2 (Typ 3 und Typ 4)
Vergleich des Aussehens	Um mit dem Aussehen eines Beschichtungsstoffes genau übereinzustimmen, die auf ähnliche Weise aus einer vereinbarten Vergleichsprobe hergestellt wurde.				Abschnitt 10
Siebrückstand ^a	Nach Vereinbarung zwischen den Vertragspartnern				Abschnitt 11
Pigment-spezifische Oberfläche, m ² /g	Nach Vereinbarung zwischen den Vertragspartnern				ISO 9277
Deckfähigkeit auf Wasser, m ² /g	Nach Vereinbarung zwischen den Vertragspartnern		—	—	Abschnitt 12
Leafing-Vermögen, %	min. 65	min. 65	—	—	Abschnitt 13 ^a
Wassergehalt, % Massenanteilc	max. 0,2	max. 0,15	max. 0,2	max. 0,15	Abschnitt 14
Gehalt an metallischen Verunreinigungen im trockenen Pigment, % Massenanteil	max. 1,0 für Cu + Fe + Pb + Si + Zn max. 0,03 für Pb Gesonderte Grenzwerte für andere Metalle als Blei dürfen zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden.		Nach Vereinbarung zwischen den Vertragspartnern		Für Blei ^b : Abschnitt 15, Abschnitt 17, Für Eisen ^b : Abschnitt 17, ISO 793 Für Kupfer ^b : Abschnitt 17, ISO 795 Für Silizium ^b : ISO 808 Für Zink ^b : Abschnitt 17, ISO 1784
Deckvermögen, g/m ²	Nach Vereinbarung zwischen den Vertragspartnern				Abschnitt 16
Korngrößenverteilung (instrumentelles Verfahren)	Nach Vereinbarung zwischen den Vertragspartnern				ISO 13320
^a Oberflächenbehandelte Aluminiumpigmente sind nicht enthalten.					
^b Diese Verfahren werden für Referenzzwecke empfohlen, aber andere Verfahren dürfen nach Vereinbarung zwischen den Vertragspartnern verwendet werden.					

7 Probenahme

Eine repräsentative Probe des zu prüfenden Produktes nach ISO 15528 nehmen.

8 Bestimmung des Gehaltes an nichtflüchtigen Anteilen

8.1 Prüfeinrichtung

8.1.1 Wägegias, kompakte Form, mit breiter Öffnung und Schliffstopfen.

8.1.2 Wärmeschränk, der so ausgelegt ist, dass die Prüfung unter sicheren Bedingungen durchgeführt werden kann, und der in der Lage ist, die festgelegte oder vereinbarte Temperatur auf $\pm 2^\circ\text{C}$ (für Temperaturen bis 150°C) oder $\pm 3,5^\circ\text{C}$ (für Temperaturen über 150°C und bis 200°C) zu halten. Der Wärmeschränk muss mit einer Zwangsbelüftungsanlage ausgestattet sein, außer für Phenolharze, bei denen ein Ofen mit natürlicher Konvektion mit einem perforierten Metallboden in einem Drittel der Ofenhöhe verwendet werden kann.

8.1.3 Waage, mit einer Fehlergrenze von mindestens 1 mg.

8.1.4 Exsikkator, der ein wirksames Trockenmittel enthält.

8.2 Durchführung

8.2.1 Anzahl der Bestimmungen

Die Bestimmung zweifach durchführen.

8.2.2 Probenmenge

Das Wägegglas (8.1.1) mit entferntem Stopfen im Ofen (8.1.2) bei 105°C für 2 h erwärmen. Im Exsikkator (8.1.4) abkühlen lassen, den Stopfen einsetzen und auf 1 mg wiegen.

5 g bis 10 g der Probe in einer gleichmäßigen Schicht auf dem Boden des Wägeglasses verteilen, den Stopfen aufsetzen und auf 1 mg wiegen.

Bei Pigmenten und Füllstoffen mit hohem Schüttvolumen kann es erforderlich sein, die Masse der Probenmenge zu verringern. Die Verwendung einer kleineren Menge als der festgelegten muss im Prüfbericht angegeben werden.

8.2.3 Bestimmung

Das Wägegglas und den Inhalt mit entferntem Stopfen im Ofen bei $(140 \pm 2)^\circ\text{C}$ oder bei der vereinbarten Temperatur für mindestens 2 h erwärmen. Im Exsikkator abkühlen lassen, den Stopfen einsetzen und auf 1 mg wiegen. Das Erwärmen für mindestens 30 min wiederholen, im Exsikkator abkühlen lassen, den Stopfen einsetzen und erneut auf 1 mg wiegen. Diese Prozedur so lange wiederholen, bis zwei aufeinanderfolgende Wägungen um nicht mehr als 5 mg voneinander abweichen. Die niedrigere Masse aufzeichnen.

Weichen die Ergebnisse der beiden Bestimmungen um mehr als 10 % des höheren Wertes ab, das gesamte Verfahren wiederholen (siehe 8.2).

Ist das zu prüfende Material bei 140°C instabil, müssen die Prüfbedingungen zwischen den Vertragspartnern vereinbart und im Prüfbericht angegeben werden.

8.3 Auswertung

Den Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen, w_0 , als Massenanteil in Prozent, nach Gleichung (1) berechnen:

$$w_0 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

m_0 die Masse, in Gramm, des leeren Wägeglasses;

m_1 die Masse, in Gramm, der Schale mit der Probenmenge;

m_2 die Masse, in Gramm, des Wägeglasses mit dem Rückstand.

Wenn die beiden Ergebnisse (Doppelbestimmung) um mehr als 2 % vom Mittelwert (absolut) abweichen, die Durchführung wie in 8.2 beschrieben wiederholen.

Den Mittelwert aus zwei gültigen Ergebnissen (Wiederholungsmessungen) berechnen und das Ergebnis auf 0,1 % Massenanteil angeben.

9 Bestimmung des Gehaltes an in organischen Lösemitteln löslichen Anteilen

9.1 Verfahren 1 (zur Verwendung mit Leafing-Pigmenten, Typ 1 und Typ 2)

9.1.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit Salzsäure behandelt, um das Metall zu lösen, und die restlichen öl- und fetthaltigen Anteile werden mit 2-Butoxyethanol oder n-Butylacetat extrahiert, getrocknet und gewogen.

9.1.2 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter analytischer Qualität sein. Für die Prüfung muss destilliertes Wasser oder Wasser von gleichwertiger Reinheit verwendet werden.

9.1.2.1 Salzsäure (HCl), CAS-Nr. 7647-01-0¹, Lösung, etwa 6 mol/l.

9.1.2.2 2-Butoxyethanol (C₆H₁₄O₂), CAS-Nr. 111-76-2 oder **n-Butylacetat (C₆H₁₂O₂)**, CAS-Nr. 123-86-4.

9.1.3 Durchführung

9.1.3.1 Prüfmenge

Etwa 2 g der Probe auf 1 mg in ein 400-ml-Becherglas einwiegen.

9.1.3.2 Bestimmung

100 ml heißes Wasser zur Prüfmenge zugeben und das Becherglas z. B. mit einem Uhrglas abdecken. Die Salzsäure (9.1.2.1) in kleinen Mengen zugegeben, wobei nach jeder Zugabe leicht erwärmt wird, um die Reaktion zu vervollständigen, bis das gesamte Metall aufgelöst ist. Die maximale Menge an Salzsäure sollte 60 ml nicht überschreiten.

Das Becherglas und den Inhalt auf Raumtemperatur abkühlen lassen und den Inhalt durch ein säuregewaschenes, fettfreies Filtrierpapier filtrieren. Das Becherglas, die Abdeckung und das Filtrierpapier gründlich mit kaltem Wasser auswaschen.

Das Papier abtropfen und im Filtertrichter vollständig trocknen lassen, wobei leicht erwärmt wird, gegebenenfalls auf eine Temperatur von höchstens 50 °C. Durch Schütteln des Becherglases möglichst viel Wasser entfernen.

Ein gewogenes 100-ml-Becherglas unter den Trichter stellen. Das ursprüngliche Becherglas und die Abdeckung mit warmem 2-Butoxyethanol oder n-Butylacetat (9.1.2.2) waschen und die Waschflüssigkeit auf das Filtrierpapier überführen. Das Papier mindestens fünfmal mit warmem 2-Butoxyethanol oder n-Butylacetat waschen und jedes Mal etwa halb voll füllen. Abschließend die Trichterspitze ausspülen. Das Becherglas und seinen Inhalt auf dem Wasserbad leicht erwärmen, ohne eine offene Flamme zu benutzen, bis das 2-Butoxyethanol oder n-Butylacetat möglichst vollständig verdampft ist. Die Verdampfung fortsetzen, indem das Becherglas bei einer Temperatur von (105 ± 2) °C für 1 h erwärmt wird, dann abkühlen und wiegen.

¹ CAS-Nr. = Registriernummer für jeden einzelnen Stoffeintrag in die Datenbank des Chemical Abstract Service (CAS, en: chemical abstracts service registry number)

9.1.4 Auswertung

Den Gehalt an in organischen Lösemitteln löslichen Anteilen, w_1 , als Massenanteil in Prozent, nach Gleichung (2) berechnen:

$$w_1 = \frac{m_4}{m_3} \times 100 \quad (2)$$

Dabei ist

m_3 die Masse, in Gramm, der Probenmenge;

m_4 die Masse, in Gramm, des Rückstandes.

9.2 Verfahren 2 (zur Verwendung mit Leasing-Pigmenten, Typ 3 und Typ 4)

9.2.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird in einem Lösemittel dispergiert und der mit dem Lösemittel extrahierbare Anteil wird abfiltriert, getrocknet und gewogen.

9.2.2 Reagenzien

9.2.2.1 Lösemittelgemisch, hergestellt durch Mischen von 3 Volumenteilen Toluol, CAS-Nr. 108-88-3, mit 1 Teil Diethylether, CAS-Nr. 60-29-7, $\rho = 0,720$ g/ml.

9.2.2.2 Leichtbenzin, Siedebereich 40 °C bis 60 °C, CAS-Nr. 64742-49-0.

9.2.3 Geräte

9.2.3.1 Glassinterfiltrertiegel, Porositätsgrad P 16 (Porengrößen-Index 10 µm bis 16 µm).

9.2.4 Durchführung

9.2.4.1 Prüfmenge

Etwa 2 g Probe auf 1 mg in ein 250-ml-Becherglas einwiegen und in 20 ml Lösemittelgemisch (9.2.2.1) dispergieren, wobei der Inhalt des Becherglases häufig hin- und her geschüttelt wird.

9.2.4.2 Bestimmung

Nach vollständigem Dispergieren weitere 10 ml Lösemittelgemisch zugeben, das Becherglas gründlich schwenken und anschließend für 1 h stehenlassen, damit sich die Metallflocken absetzen.

Die überstehende Flüssigkeit in den Glassinterfiltrertiegel (9.2.3.1) dekantieren und durch Absaugen in einen sauberen Kolben filtrieren.

Nach Abfiltrieren der gesamten Flüssigkeit, weitere 30 ml Lösemittelgemisch zum Rückstand im Becherglas zugeben und wiederholt schwenken, um das Aluminiumpigment erneut zu dispergieren. Die Dispersion durch den Glassinterfiltrertiegel filtrieren und das Becherglas mit Leichtbenzin (9.2.2.2) waschen.

Das Filtrat aus dem Kolben in ein 250-ml-Becherglas überführen und bis auf ein Minimum eindampfen (etwa 50 ml). Das konzentrierte Filtrat in ein gewogenes 100-ml-Becherglas überführen und das 250-ml-Becherglas mit Leichtbenzin waschen, wobei das Waschwasser in das 100-ml-Becherglas überführt wird. Den Inhalt des 100-ml-Becherglases bis zur Trockenheit eindampfen, im Ofen bei einer Temperatur von (105 ± 2) °C für 1 h erwärmen, anschließend abkühlen lassen und wägen.

9.2.5 Auswertung

Den Gehalt an in organischen Lösemitteln löslichen Anteilen, w_2 , als Massenanteil in Prozent, nach Gleichung (3) berechnen:

$$w_2 = \frac{m_6}{m_5} \times 100 \quad (3)$$

Dabei ist

m_5 die Masse, in Gramm, der Probenmenge;

m_6 die Masse, in Gramm, des Rückstandes.

10 Vergleich des Aussehens

10.1 Probenmenge

Eine zwischen den Vertragspartnern vereinbarte Probenmenge einwiegen.

10.2 Bewertung

Die Probe in einem zwischen den Vertragspartnern zu vereinbarenden Beschichtungsstoff in den vereinbarten Anteilen durch geeignetes Mischen ohne Zerkleinern dispergieren. Für einen zwischen den Vertragspartnern zu vereinbarenden Zeitraum, z. B. 24 h, bei einer ebenfalls zu vereinbarenden Temperatur, z. B. 20 °C, in einem abgedeckten Behälter lagern. Nach dieser Zeit die Oberflächenschicht entfernen, die Mischung durch Schütteln oder Rühren oder beides gut mischen und mit einem geeigneten Verfahren auf eine glatte, saubere, nicht saugfähige Platte auftragen und in einer sauberen Atmosphäre gründliche trocknen lassen. Die vereinbarte Vergleichsprobe am selben Tag in ähnlicher Weise behandeln. Nach dem Trocknen die beiden so vorbereiteten Platten visuell auf Farbe, Deckvermögen, Finish und Helligkeit vergleichen.

Bei Leafing-Pigmenten muss der Beschichtungsstoff eine Säurezahl von weniger als 7,5 mg KOH je Gramm haben und darf keine Bleitrockenstoffe enthalten.

Es wird empfohlen, die optische Charakterisierung von Non-Leafing-Aluminiumpigmenten im Vollton- und Farbreduktionssprühverfahren oder alternativ im Rakelverfahren durchzuführen. Eine anschließende Farbmessung nach ISO/CIE 11664-4 in mehreren Winkeln wird empfohlen.

11 Bestimmung des Siebrückstandes

11.1 Reagenzien

11.1.1 Mineralisches Lösemittel, das zwischen den Vertragspartnern zu vereinbaren ist.

11.1.2 2-Butoxyethanol (C₆H₁₄O₂), CAS-Nr. 111-76-2 oder ***n*-Butylacetat (C₆H₁₂O₂)**, CAS-Nr. 123-86-4.

11.2 Geräte

11.2.1 Drei Behälter, geeigneter Größe zur Aufnahme des Siebes.

11.2.2 Becherglas, 400 ml.

11.2.3 Prüfsieb mit einer Nennweite von 180 µm (für Pasten) oder 250 µm (für Pulver) (siehe 11.3.1.).

11.2.4 Glassinterfilter, Porositätsgrad P 16 (Porengrößen-Index 10 µm bis 16 µm).

11.3 Durchführung

11.3.1 Probenmenge

10 g der Probe auf 0,1 g in das 400-ml-Becherglas (11.2.2) einwiegen.

Ist es auf Grund einer Vereinbarung zwischen den Vertragspartnern erforderlich, den Siebrückstand mit einer anderen Nennweite als 180 µm (bei Pasten) oder 250 µm (bei Pulvern) zu bestimmen, ein Verfahren anwenden, das dem festgelegten ähnelt, mit der Ausnahme, dass die Masse der Probemenge für Siebe mit kleinerer Nennweite verringert werden muss.

11.3.2 Bestimmung

Zwei der Behälter (11.2.1) zur Hälfte mit dem mineralischen Lösemittel und den dritten Behälter zur Hälfte mit 2-Butoxyethanol oder n-Butylacetat (11.1.2) füllen. Die Probenmenge mit 100 ml mineralisches Lösemittel (11.1.1) mischen. Weitere 50 ml mineralisches Lösemittel unter kräftigem Rühren zugeben. Die Suspension langsam auf die Oberfläche des Prüfsiebes (11.2.3) gießen, wobei die Geschwindigkeit so eingestellt wird, dass der größte Teil der Suspension durchläuft. Den Siebrückstand waschen, wobei das Sieb im ersten Behälter leicht schräg zur Oberfläche des mineralischen Lösemittels gehalten und so hin- und hergeschüttelt wird, dass die Siebfläche knapp unter und knapp über dem Flüssigkeitsspiegel liegt. Diesen Vorgang für 1 min fortsetzen und dann den Vorgang im zweiten Behälter für etwa 2 min wiederholen.

Wenn erkennbar ist, dass kein Material mehr durch das Sieb läuft, den Vorgang im Behälter mit 2-Butoxyethanol oder n-Butylacetat für 2 min bis 3 min wiederholen. Die Seiten des Siebs mit einem kleinen Strom von 2-Butoxyethanol oder n-Butylacetat abwaschen und den Rückstand auf einer Seite auffangen. Den Rückstand durch Waschen mit einer Mindestmenge an 2-Butoxyethanol oder n-Butylacetat in den tarierten Glassinterfilter (11.2.4) überführen und absaugen.

Sobald die Filtration abgeschlossen und die Oberfläche des Rückstandes augenscheinlich trocken ist, den Filter in einen Ofen bei $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ (oder bei einer für die Trocknung geeigneten Temperatur) legen und für 1 h bei dieser Temperatur erwärmen.

Den Rückstand auf 1 mg wägen.

11.4 Auswertung

Den Siebrückstand, w_3 , als Massenanteil in Prozent, nach Gleichung (4) berechnen:

$$w_3 = \frac{m_8}{m_7} \times 100 \quad (4)$$

Dabei ist

m_7 die Masse, in Gramm, der Probenmenge;

m_8 die Masse, in Gramm, des Siebrückstandes.

12 Bestimmung der Deckfähigkeit auf Wasser

12.1 Kurzbeschreibung

Die Deckfähigkeit auf Wasser wird in einer Standardprüfeinrichtung an einer Probe gemessen, die sorgfältig mit Waschbenzin gewaschen und unter Vakuum filtriert wurde. Die Prüfung besteht aus einem Vergleichsversuch, bei dem die Anzahl der Waschvorgänge (zwischen drei und sechs), die das maximale Ergebnis für die Deckfähigkeit auf Wasser ergeben, bestimmt wird.

ANMERKUNG Die Erfahrung hat gezeigt, dass es unerlässlich ist, die Prüfung genau wie nachfolgend beschrieben durchzuführen, um reproduzierbare Ergebnisse zu erzielen.