DIN EN ISO 3549

ICS 87.060.10

Einsprüche bis 2023-03-06
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 3549:2002-12

Entwurf

Zinkstaub-Pigmente für Beschichtungsstoffe – Anforderungen und Prüfverfahren (ISO/DIS 3549:2023); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 3549:2023

Zinc dust pigments for paints –
Specifications and test methods (ISO/DIS 3549:2023);
German and English version prEN ISO 3549:2023

Pigments à base de poussière de zinc pour peintures –
Spécifications et méthodes d'essai (ISO/DIS 3549:2023);
Version allemande et anglaise prEN ISO 3549:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-01-06 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 54 Seiten

DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN ISO 3549:2023 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 078-00-03 AA „Allgemeine Prüfverfahren für Farbmittel und Füllstoffe“ im DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF).

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

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

ISO 565	siehe	DIN ISO 565
ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 15528	siehe	DIN EN ISO 15528
ISO 22036	siehe	DIN ISO 22036
ISO 80369-7	siehe	DIN EN ISO 80369-7

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 EN ISO 3549:2002-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) es wurden drei Typen (I, II und III) von Zinkstaubpigmenten mit unterschiedlichen Anforderungen eingeführt;

b) optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) wurde als Analysentechnik für die Elementanalyse ergänzt;

c) die Maschenweite für die Siebanalyse wurde von 125 µm – 90 µm – 45 µm in 125 µm – 75 µm – 45 µm geändert;

d) zu den Reagenzien wurden die CAS-Nummern ergänzt;

e) der Text wurde redaktionell überarbeitet und die normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN ISO 80369-7, *Verbindungsstücke mit kleinem Durchmesser für Flüssigkeiten und Gase in medizinischen Anwendungen — Teil 7: Verbindungsstücke für intravaskuläre oder hypodermische Anwendungen*

DIN ISO 565, *Analysensiebe — Metalldrahtgewebe, Lochplatten und elektrogeformte Siebfolien — Nennöffnungsweiten*

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

DIN ISO 22036, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von Spurenelementen in Bodenextrakten mittels Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES)*

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

– Leerseite –

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

– Entwurf –

Januar 2023

prEN ISO 3549

Zinkstaub-Pigmente für Beschichtungsstoffe – Anforderungen und Prüfverfahren (ISO/DIS 3549:2023)

Zinc dust pigments for paints – Specifications and test methods (ISO/DIS 3549:2023)

Pigments à base de poussière de zinc pour peintures – Spécifications et méthodes d'essai (ISO/DIS 3549:2023)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4
Vorwort 5
1 Anwendungsbereich 7
2 Normative Verweisungen 7
3 Begriffe 7
4 Anforderungen und zulässige Toleranzen 7
5 Probenahme 9
6 Bestimmung des Siebrückstandes 9
6.1 Kurzbeschreibung 9
6.2 Geräte 9
6.3 Überprüfen und Reinigen des Siebes 11
6.4 Durchführung 11
6.5 Auswertung 11
7 Bestimmung des Gesamt-Zinkgehaltes 12
7.1 Kurzbeschreibung 12
7.2 Reagenzien 12
7.3 Durchführung 13
7.3.1 Probenmenge 13
7.3.2 Bestimmung 13
7.4 Auswertung 13
8 Bestimmung des Gehaltes an metallischem Zink 14
8.1 Kurzbeschreibung 14
8.2 Reagenzien 14
8.3 Durchführung 15
8.3.1 Probenmenge 15
8.3.2 Bestimmung 15
8.4 Auswertung 15
9 Bestimmung der Gehalte an Blei, Cadmium und Eisen 16
9.1 Kurzbeschreibung 16
9.2 Reagenzien und Prüfmittel 16
9.3 Gerät 17
9.4 Durchführung 17
9.4.1 Probenmenge 17
9.4.2 Herstellen der Probenlösungen 17
9.4.3 Bestimmung 18
9.5 Auswertung 18
10 Bestimmung des Arsengehaltes 19
10.1 Kurzbeschreibung 19
10.2 Reagenzien und Prüfmittel 19
10.3 Gerät 20
10.4 Durchführung 21
10.4.1 Aufstellen der Vergleichskurve 21
10.4.2 Probenmenge 21
10.4.3 Herstellen der Probenlösung 21
10.4.4 Bestimmung 22
10.5 Auswertung 24
11 Bestimmung des Chloridgehaltes 24
11.1 Kurzbeschreibung 24
11.2 Reagenzien und Prüfmittel 24
11.3 Gerät 24
11.4 Durchführung 25

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

11.4.1 Aufstellen der Vergleichskurve 25
11.4.2 Bestimmung 25
12 Bestimmung der säureunlöslichen Anteile 25
12.1 Reagenzien 25
12.2 Gerät 25
12.3 Durchführung 25
12.3.1 Probenmenge 25
12.3.2 Bestimmung 26
12.4 Auswertung 26
13 Prüfbericht 26

Bilder

Bild 1 — Luftstrahl-Siebgerät 10
Bild 2 — Beispiel für geeigneten Hydridgenerator 23

Tabellen

Tabelle 1 — Zusammensetzung von Zinkstaub-Pigment 8
Tabelle 2 — Siebrückstand 8

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3549:2023) 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 gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 3549:2002 ersetzen.

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/DIS 3549:2023 wurde von CEN als prEN ISO 3549:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

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-Direktiven, 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-Direktiven, 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 35, *Paints and varnishes*, Unterkomitee SC 2, *Pigments and extenders*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 298, *Pigmente und Füllstoffe,* in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 3549:1995), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen sind folgende:

— es wurden drei Typen (I, II und III) von Zinkstaub-Pigmenten mit unterschiedlichen Anforderungen eingeführt;

— optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) wurde als Analysentechnik für die Elementanalyse ergänzt;

— die Maschenweite für die Siebanalyse wurde von 125 µm – 90 µm – 45 µm in 125 µm – 75 µm – 45 µm geändert;

— zu den Reagenzien wurden die CAS-Nummern ergänzt;

— der Text wurde redaktionell überarbeitet und die normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

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.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Anforderungen und die entsprechenden Prüfverfahren für Zinkstaub-Pigmente fest, die zur Verwendung in Korrosionsschutzbeschichtungen geeignet sind.

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 565, *Test sieves — Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings*

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

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

ISO 22036, *Soil quality — Determination of trace elements in extracts of soil by inductively coupled plasma — Atomic emission spectrometry (ICP-AES)*

ISO 80369-7, *Small-bore connectors for liquids and gases in healthcare applications — Part 7: Connectors for intravascular or hypodermic applications*

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:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter https://www.iso.org/obp

— IEC Electropedia: verfügbar unter https://www.electropedia.org/

3.1
Zinkstaub-Pigment
feines graues Pulver mit im wesentlichen kugelförmigen Teilchen, das hauptsächlich aus metallischem Zink besteht

Anmerkung 1 zum Begriff: Zinkstaub-Pigmente können sich in ihrem Gehalt an metallischem Zink, chemischer Reinheit, Teilchenform, Teilchengrößenverteilung, mittleren und größtem Durchmesser usw. unterscheiden. Alle diese Unterschiede haben wahrscheinlich einen Einfluss auf das Verhalten des Zinkstaubs in Beschichtungsstoffen, und zwar auf Parameter wie Dispergierbarkeit, Mahlfeinheit (Körnigkeit), Reaktivität, elektrische Leitfähigkeit und Packungseigenschaften.

4 Anforderungen und zulässige Toleranzen

4.1 Für Zinkstaub-Pigmente nach diesem Dokument sind die verbindlich einzuhaltenden Anforderungen in Tabelle 1 und Tabelle 2 festgelegt.

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

Tabelle 1 — Zusammensetzung von Zinkstaub-Pigment

Merkmal	Einheit	Anforderung			Prüfverfahren
		Typ I	Typ II	Typ III	
Gesamt-Zinkgehalt	% (Massenanteil)	min. 98	min. 98	min. 99	siehe Abschnitt 7
Gehalt an metallischem Zink	% (Massenanteil)	min. 94	min. 94	min. 97	siehe Abschnitt 8
Bleigehalt (Pb)	% (Massenanteil)	max. 0,1	max. 0,01	max. 0,002	siehe Abschnitt 9[1]
Cadmiumgehalt (Cd)	% (Massenanteil)	max. 0,03	max. 0,01	max. 0,001	siehe Abschnitt 9[1]
Eisengehalt (Fe)	% (Massenanteil)	max. 0,005	max. 0,005	max. 0,002	siehe Abschnitt 9[1]
Arsengehalt (As)	% (Massenanteil)	max. 0,000 5	max. 0,000 5	max. 0,000 5	siehe Abschnitt 10[1]
Chloridgehalt (Cl)	% (Massenanteil)	max. 0,005	max. 0,005	max. 0,005	siehe Abschnitt 11
Säureunlösliche Anteile	% (Massenanteil)	max. 0,05	max. 0,05	max. 0,05	siehe Abschnitt 12
ANMERKUNG Falls der Zinkoxid-Gehalt verlangt wird, kann dieser durch Multiplikation der Differenz zwischen dem Gesamt-Zinkgehalt und dem Gehalt an metallischem Zink mit 1,2 447 berechnet werden.					
[1] Andere geeignete Verfahren wie das induktiv gekoppelte Plasmaverfahren (ICP-OES oder ICP-MS) dürfen zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden.					

Tabelle 2 — Siebrückstand

Nennwert der Sieböffnung µm	Siebrückstand % (Massenanteil)	Prüfverfahren
125	max. 0,01	siehe Abschnitt 6
75	max. 0,1	
45	max. 0,5	

4.2 Anforderungen an andere physikalische Eigenschaften (spezifische Oberfläche, Teilchengrößenverteilung usw.) und das Bezugspigment, auf das sich diese Eigenschaften beziehen, müssen zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden. Die Werte für Teilchengröße und/oder Teilchengrößenverteilung (z. B. D10, D50) müssen unter Bezugnahme auf das Messverfahren und die Prüfbedingungen angegeben werden.

4.3 Das Bezugspigment muss auch die Anforderungen nach Tabelle 1 und Tabelle 2 erfüllen.

4.4 Die induktiv gekoppelte Plasma-Emissionsspektroskopie (ICP-OES) ist ein Analyseverfahren für Elementanalysen. Das ICP-OES-Gerät wird in der Atomspektroskopie eingesetzt, und während der Analyse wird die Probe durch starke Hitze in eine Wolke heißer Gase zersetzt, die freie Atome und Ionen des/der interessierenden Elements/Elemente enthält. Die hohen Temperaturen führen zu starker Kollisionsanregung und Ionisierung der Probenatome. Sobald sich die Atome oder Ionen in ihrem angeregten Zustand befinden, können sie durch thermische oder strahlende (Emissions-)Energieübergänge in niedrigere Zustände zurückfallen. Bei der ICP-OES-Analyse wird die Intensität des bei bestimmten Wellenlängen emittierten Lichts gemessen und zur Bestimmung der Konzentration des oder der interessierenden Elemente verwendet. Bei der ICP-OES-Analyse können die thermischen Anregungsquellen eine große Anzahl verschiedener Energieniveaus für mehrere unterschiedliche Elemente gleichzeitig besetzen. Alle angeregten Atome und Ionen können dann ihre charakteristische Strahlung gleichzeitig aussenden. Dies ermöglicht eine flexible Auswahl aus mehreren verschiedenen Emissionen und den gleichzeitigen Nachweis mehrerer Elemente.

Die Probenvorbereitung ähnelt sehr stark der Probenvorbereitung bei der Atomabsorption (AA, siehe Abschnitt 9 und Abschnitt 10), jedoch mit einer Abweichung. (0,500 0 ± 0,000 2) g der Probe werden in 100 ml

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

5 % (Volumenanteil) HNO_3 69 % aufgelöst. Bei sehr resistenten Proben dürfen zusätzlich 10 % (Volumenanteil) HCl 30 % in Kombination mit einem Mikrowellenaufschluss verwendet werden. Die 5 g/l-Lösungen werden mit 5 % (Volumenanteil) HNO_3 weiter verdünnt (1/200) und mit 50 µg/l Sc, Y, Rh und Lu als interne Standards versetzt. Die ICP-Messung und die Standardvorbereitung konnten aus ISO 22036 entnommen werden.

5 Probenahme

Eine repräsentative Probe des zu prüfenden Produkts nehmen, wie in ISO 15528:2020 beschrieben.

WARNUNG — Die Probe darf keinesfalls vor der Prüfung getrocknet werden, und kein Teil der nicht benötigten Probe darf nach der Handhabung in den Probenbehälter zurückgegeben werden.

6 Bestimmung des Siebrückstandes

6.1 Kurzbeschreibung

Eine geeignete Probenmenge wird mit einem Luftstrahl-Siebgerät auf Sieben mit Nennwerten der Maschenweite von 45 µm, 75 µm und 125 µm gesiebt. Der Rückstand auf jedem Sieb wird bestimmt.

6.2 Geräte

6.2.1 Siebe, rund, mit einer Siebfläche von 200 mm Durchmesser und Nennwerten der Maschenweite von 45 µm, 75 µm und 125 µm, entsprechend ISO 565. Ein durchsichtiger Deckel muss vorhanden sein, mit dem das Sieb während des Siebens bedeckt wird.

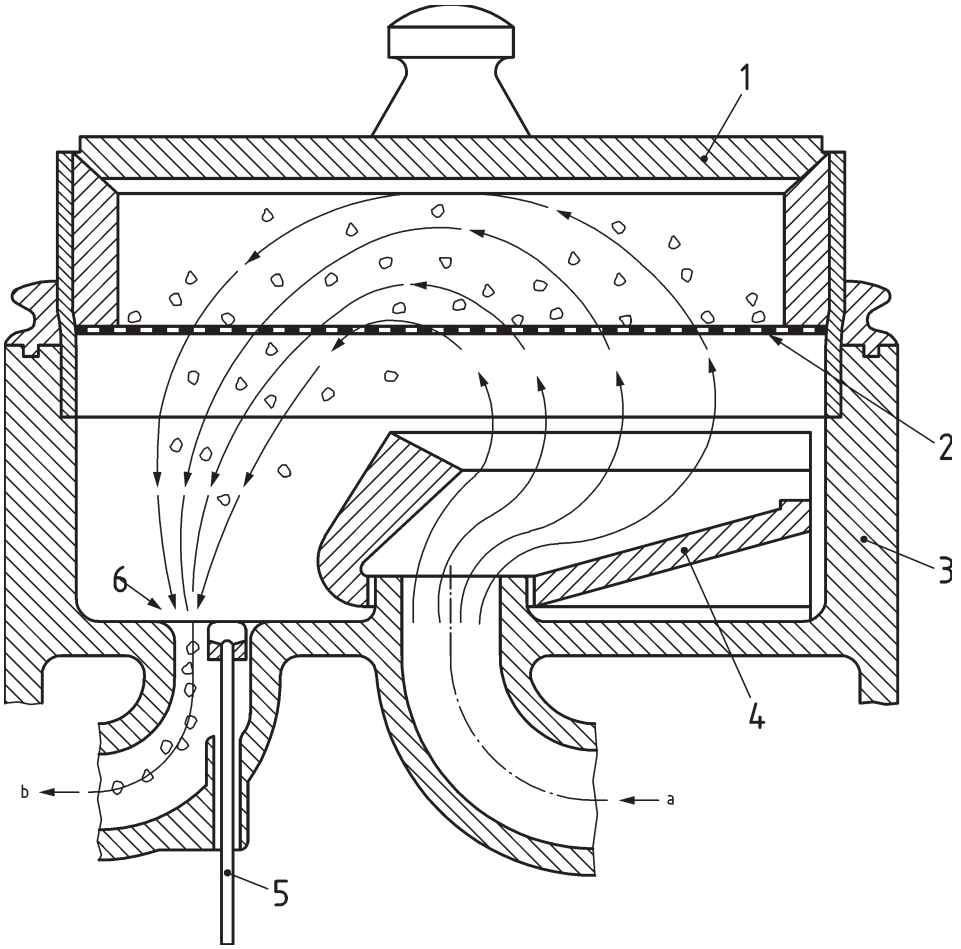
6.2.2 Luftstrahl-Siebgerät (siehe Bild 1), bestehend aus einem zylindrischen Gehäuse, das ein Sieb (siehe 6.2.1) enthält. Unten am Gehäuse ist ein Auslass (mit dem ein Absauggebläse verbunden ist) und ein Lufteinlass vorhanden, der die Zufuhr von Luft gestattet.

Der Lufteinlass ist mit einer Düse verbunden, die mit einer Drehzahl von 20 min^{-1} bis 25 min^{-1} rotiert. Er besteht aus einem schlitzförmigen Stutzen, der zentrisch unterhalb des Siebes und sehr dicht an diesem angeordnet ist (siehe Bild 1). Wenn die Düse rotiert, bläst sie kontinuierlich Luft durch das Sieb, so dass Absetzen der Pulverteilchen verhindert wird. Die Luft wird durch den Auslass abgeführt, wodurch die feineren Teilchen durch das Sieb gezogen werden. Der Luftstrom wird durch Einstellen eines Schlitzes am Auslass geregelt.

Das erzielte Vakuum muss 1 250 Pa oder mehr betragen.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02



Legende

1 durchsichtiger Deckel
2 Sieb
3 Gehäuse
4 rotierende Düse
5 Druckmessgerät
6 verstellbarer Schlitz
[a] Lufteinlass
[b] zum Gebläse

Bild 1 — Luftstrahl-Siebgerät

6.2.3 Zeitmessgerät (z. B. Stoppuhr), ablesbar auf 1 s oder feiner. Das Gerät darf mit einem Schalter zum Anhalten des Motors des Siebgerätes (6.2.2) versehen sein.

6.2.4 Analysenwaage, mit der mindestens 50 g auf 1 mg gewogen werden können.

6.2.5 Hammer, leicht, mit Kopf aus Kunststoff, zum Klopfen an das Gerät, um Pulver, das am Deckel und am Sieb haftet, abzulösen.

6.2.6 Sauberer Pinsel.

6.2.7 Schiffchen aus nichtrostendem Stahl.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

6.3 Überprüfen und Reinigen des Siebes

Prüfen, ob das Sieb sauber und unbeschädigt und nicht durch Material von einer vorhergehenden Bestimmung zugesetzt ist. Hierfür wird ein Vergrößerungsglas mit ausreichender Vergrößerung empfohlen.

Falls Reinigen des Siebes notwendig ist, wird hierfür ein Ultraschallsystem empfohlen. Es ist auch möglich, das Sieb zu reinigen, indem es umgekehrt auf ein sauberes Stück Papier gelegt wird und verbliebene Teilchen durch kräftiges Klopfen entfernt werden.

6.4 Durchführung

Die Bestimmung zweifach durchführen.

6.4.1 Etwa 50 g (m_0) der Probe auf 0,01 g einwiegen.

6.4.2 Das 45-µm-Sieb (6.2.1) in das Siebgerät (6.2.2) einsetzen und die Probenmenge auf das Sieb bringen.

6.4.3 Das Sieb mit dem durchsichtigen Deckel bedecken, den Ventilator und das Siebgerät (6.2.2) einschalten und von Zeit zu Zeit leicht mit dem Hammer (6.2.5) gegen den Deckel und das Sieb klopfen, um das Material zu verteilen und anhaftende Teilchen zu entfernen.

6.4.4 Nach 120 s das Gerät ausschalten und den durchsichtigen Deckel und das Sieb entfernen. Den Siebrückstand sammeln, indem das Sieb umgekehrt auf ein sauberes Stück Papier gelegt und kräftig geklopft wird, um sicherzustellen, dass alle Teilchen aufgefangen werden.

6.4.5 Das Schiffchen aus nichtrostendem Stahl (6.2.7) auf 1 mg einwiegen (m_1). Den Siebrückstand in das Schiffchen überführen und dieses wieder auf 1 mg einwiegen (m_2).

6.4.6 Die in 6.4.1 bis 6.4.5 beschriebenen Arbeitsgänge mit dem 75-µm-Sieb und dann mit dem 125-µm-Sieb mit frischen Probenmengen von 50 g wiederholen.

6.5 Auswertung

Den Siebrückstand R, als Massenanteil in Prozent, auf jedem Sieb nach folgender Gleichung berechnen:

$$R = \frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100$$

Dabei ist

m_0 die Masse, in Gramm, der Probe;

m_1 die Masse, in Gramm, des Stahlschiffchens;

m_2 die Masse, in Gramm, des Schiffchens und des Siebrückstandes.

Wenn die beiden Ergebnisse (Doppelbestimmung) für jedes Sieb um mehr als ein Zehntel des Grenzwertes für das jeweilige Sieb in Tabelle 2 voneinander abweichen, die Durchführung wiederholen.

Den Mittelwert aus zwei gültigen Ergebnissen (Wiederholungsmessungen) berechnen und das Ergebnis auf drei Dezimalstellen für das 125-µm-Sieb, auf zwei Dezimalstellen für das 75-µm-Sieb und auf eine Dezimalstelle für das 45-µm-Sieb angeben.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

7 Bestimmung des Gesamt-Zinkgehaltes

7.1 Kurzbeschreibung

Das Zink wird mit EDTA-Lösung titriert.

7.2 Reagenzien

Für die Analyse nur Reagenzien von bekanntem Reinheitsgrad und nur Wasser verwenden, dessen Reinheit mindestens Qualität 3 nach ISO 3696 entspricht.

7.2.1 Salzsäure, CAS-Nr.[1] 7647-01-0, konzentriert, etwa 38 % (Massenanteil), $\rho \approx 1{,}19$ g/ml.

7.2.2 Salzsäure, CAS-Nr. 7647-01-0, verdünnt 1 + 4.

200 ml konzentrierte Salzsäure (7.2.1) mit Wasser auf 1 l verdünnen.

7.2.3 Schwefelsäure, CAS-Nr. 7664-93-9, verdünnt 1 + 1.

1 Volumenteil konzentrierte Schwefelsäure [etwa 96 % (Massenanteil), $\rho \approx 1{,}84$ g/ml] unter Kühlen langsam zu 1 Volumenteil Wasser geben.

7.2.4 Salpetersäure, CAS-Nr. 7697-37-2, konzentriert, etwa 68 % (Massenanteil), $\rho \approx 1{,}42$ g/ml.

7.2.5 Ammoniumhydroxid-Lösung, CAS-Nr. 1336-21-6, etwa 25 % (Massenanteil), $\rho \approx 0{,}81$ g/ml.

7.2.6 Pufferlösung

200 g Hydroxylammoniumchlorid ($NH_2OH{\cdot}HCl$), CAS-Nr. 5470-11-1 in etwa 300 ml Wasser lösen. 28 g Natriumhydroxid, CAS-Nr. 1310-73-2, in etwa 300 ml Wasser lösen. Die beiden Lösungen mischen, abkühlen und mit Wasser auf 1 l verdünnen.

7.2.7 Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA), Dinatriumsalzdihydrat, CAS-Nr. 6381-92-6, Maßlösung.

7.2.7.1 Herstellen

Etwa 20 g EDTA-Dinatriumsalzdihydrat auf 1 mg wiegen, in Wasser lösen und auf 1 l verdünnen. In einer Flasche aus Polyethylen aufbewahren.

7.2.7.2 Einstellen

Etwa 1,5 g Zinkmetall, Reinheit 99,99 %, auf 1 mg in einen 250-ml-Becher einwiegen (Masse m_0). In 20 ml Salzsäure (7.2.1) lösen und 1 ml oder 2 ml Salpetersäure (7.2.4) zugeben. Nach vollständigem Auflösen quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, bis zur Marke mit Wasser auffüllen und gründlich mischen.

50 ml der Zinklösung in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben pipettieren. 200 ml Wasser und 3 Tropfen Bromthymolblau-Indikator (7.2.9) und tropfenweise Ammoniumhydroxid-Lösung (7.2.5) zugeben, bis die Farbe nach Blau umschlägt. Dann verdünnte Salzsäure (7.2.2) zugeben, bis die gelbe Farbe wieder auftritt. Abschließend 20 ml Pufferlösung (7.2.6) sowie 3 Tropfen Xylenolorange-Indikator (7.2.8) zugeben und mit EDTA-Lösung (7.2.7.1) titrieren, bis sich die rote Farbe in blassgelb ändert.

Das Zinkäquivalent der EDTA-Lösung, ρ(Zn), in g/ml (d. h. die Masse Zink in Gramm, die einen Komplex mit 1 ml EDTA-Lösung bildet) nach folgender Gleichung berechnen:

---

1 CAS-Nr. = Registrierungsnummer für jeden Eintrag in die Datenbank des CAS (CAS, en: chemical abstracts service).

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02

$$\rho\,(\mathrm{Zn}) = \frac{m_0 \times 50}{500 \times V_0} = \frac{m_0}{10 \times V_0}$$

Dabei ist

m_0 die Masse, in Gramm, verwendetes Zinkmetall;

V_0 das Volumen, in Milliliter, an EDTA-Lösung für die Titration.

Die Titration dreimal durchführen und den Mittelwert des Zinkäquivalentes, ρ(Zn), in Gramm je Milliliter, berechnen.

7.2.8 Xylenolorange, CAS-Nr. 1202864-39-8, Indikatorlösung des Dinatriumsalzes, 1 g/l, in Wasser.

7.2.9 Bromthymolblau, CAS-Nr. 76-59-5, Indikatorlösung, 1 g/l, in Ethanol 96 % (Volumenanteil).

7.3 Durchführung

7.3.1 Probenmenge

1,5 g der Probe (m_1) auf 1 mg in einen 250-ml-Becher einwiegen.

7.3.2 Bestimmung

Die Bestimmung zweifach durchführen.

Die Probe in 20 ml konzentrierter Salzsäure (7.2.1) lösen und 1 ml oder 2 ml Salpetersäure (7.2.4) zugeben, um sicherzustellen, dass gegebenenfalls vorhandenes Blei gelöst wird. 5 ml Schwefelsäure (7.2.3) zugeben und eindampfen, bis dichte, weiße Dämpfe auftreten. Abkühlen, dann 100 ml Wasser zugeben, kurz aufkochen und bis zum nächsten Tag stehen lassen.

Die Lösung durch einen Glas- oder Quarzfiltertiegel (Porosität P 40) filtrieren; den Becher und den Tiegel waschen und das Filtrat in einem 500-ml-Messkolben auffangen. Die Lösung bis zur Marke mit Wasser auffüllen und gründlich mischen.

50 ml der Lösung in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben pipettieren. 200 ml Wasser und 3 Tropfen Bromthymolblau-Indikator (7.2.9) und tropfenweise Ammoniumhydroxid-Lösung (7.2.5) zugeben, bis die Farbe nach Blau umschlägt. Dann verdünnte Salzsäure (7.2.2) zugeben, bis die gelbe Farbe wieder auftritt. Abschließend 20 ml Pufferlösung (7.2.6) sowie 3 Tropfen Xylenolorange-Indikator (7.2.8) zugeben und mit EDTA-Lösung (7.2.7) titrieren, bis sich die rote Farbe in blassgelb ändert.

7.4 Auswertung

Den Gesamt-Zinkgehalt, $w(\mathrm{Zn})_t$, als Massenanteil in Prozent, nach folgender Gleichung berechnen:

$$w\,(\mathrm{Zn})_t = \frac{1\,000 \times V_1 \times \rho\,(\mathrm{Zn})}{m_1}$$

Dabei ist

m_1 die Masse, in Gramm, der Probe;

ρ(Zn) das Zinkäquivalent, in Gramm je Milliliter, der EDTA-Lösung;

V_1 das Volumen, in Milliliter, an EDTA-Lösung für die Titration.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 3549:2023-02