

DIN EN ISO 4619

ICS 87.060.99

Einsprüche bis 2017-07-12
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 4619:2011-02

Entwurf

Trockenstoffe für Beschichtungsstoffe (ISO/DIS 4619:2017); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 4619:2017

Driers for paints and varnishes (ISO/DIS 4619:2017);
German and English version prEN ISO 4619:2017

Siccatis pour peintures et vernis (ISO/DIS 4619:2017);
Version allemande et anglaise prEN ISO 4619:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-05-12 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 nab@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 Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB), 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 54 Seiten

DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Nationales Vorwort

Die Norm ISO 4619 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) erarbeitet. Auf europäischer Ebene liegt die Zuständigkeit beim Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ (Sekretariat: DIN, Deutschland). Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 002-00-02 AA „Lackrohstoffe“ im DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB).

In ISO 4619 wird für die Bestimmung des Metallgehaltes von Mehrmetall-Trockenstoffen lediglich der Hinweis gegeben, dass die entsprechenden Prüfverfahren zwischen den Vertragspartnern zu vereinbaren sind. Mögliche Prüfverfahren sind in der Deutschen Norm DIN 55901, *Trockenstoffe für Beschichtungsstoffe — Bestimmung des Metallgehaltes von Mehrmetall-Trockenstoffen*, festgelegt.

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 1523	siehe	DIN EN ISO 1523
ISO 2431	siehe	DIN EN ISO 2431
ISO 2592	siehe	DIN EN ISO 2592
ISO 2811-1	siehe	DIN EN ISO 2811-1
ISO 3219	siehe	DIN EN ISO 3219
ISO 3251	siehe	DIN EN ISO 3251
ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 4618	siehe	DIN EN ISO 4618
ISO 15528	siehe	DIN EN ISO 15528

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 4619:2011-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) nach aktuellen Forderungen wurde in 7.7.2.6 die Konzentration der Phenolphthalein-Indikatorlösung auf 0,5 % reduziert;
- b) der Text wurde redaktionell überarbeitet;
- c) die normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 1523, *Bestimmung des Flammpunktes — Gleichgewichtsverfahren mit geschlossenem Tiegel*

DIN EN ISO 2431, *Beschichtungsstoffe — Bestimmung der Auslaufzeit mit Auslaufbechern*

DIN EN ISO 2592, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung des Flamm- und Brennpunktes — Verfahren mit offenem Tiegel nach Cleveland*

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

DIN EN ISO 3219, *Kunststoffe — Polymere/Harze in flüssigem, emulgiertem oder dispergiertem Zustand — Bestimmung der Viskosität mit einem Rotationsviskosimeter bei definiertem Geschwindigkeitsgefälle*

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

DIN EN ISO 4618, *Beschichtungsstoffe — Begriffe*

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

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

— Leerseite —

Trockenstoffe für Beschichtungsstoffe (ISO/DIS 4619:2017)

Siccatifs pour peintures et vernis (ISO/DIS 4619:2017)

Driers for paints and varnishes (ISO/DIS 4619:2017)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Beschreibungen	7
4.1 Feste Trockenstoffe	7
4.2 Flüssige Trockenstoffe	7
4.3 Verwendete Metalle	7
4.4 Verwendete Säuren	7
5 Anforderungen und Prüfverfahren	7
6 Probenahme	8
7 Prüfverfahren für feste Trockenstoffe	8
7.1 Aussehen und Konsistenz	9
7.2 Farbe	9
7.3 Löslichkeit in (Mischbarkeit mit) Lösemitteln, Rohleinöl oder anderen trocknenden Bindemitteln	9
7.4 Stabilität der Lösung	9
7.5 Suspendierte Feststoffe	9
7.6 Flüchtige Anteile	10
7.7 Acidität oder Basizität	10
7.7.1 Kurzbeschreibung	10
7.7.2 Reagenzien	10
7.7.3 Gerät	11
7.7.4 Vorbereitung der Ionenaustauscher-Säule	11
7.7.5 Durchführung	12
7.7.6 Auswertung	12
8 Prüfverfahren für flüssige Trockenstoffe	12
8.1 Aussehen	12
8.2 Farbe	12
8.3 Löslichkeit in (Mischbarkeit mit) Lösemitteln, Rohleinöl oder anderen trocknenden Bindemitteln	13
8.4 Stabilität der Lösung	13
8.5 Viskosität	14
9 Verfahren zur Bestimmung des Metallgehaltes von Trockenstoffen, die nur ein Metall enthalten	14
9.1 Kobalt (titrimetrisches Verfahren mit Dinatriummethyldiamintetraacetat [EDTA])	14
9.1.1 Reagenzien	14
9.1.2 Durchführung	15
9.1.3 Auswertung der Ergebnisse	15
9.2 Mangan (titrimetrisches Verfahren mit EDTA)	16
9.2.1 Reagenzien	16
9.2.2 Durchführung	16

9.2.3	Auswertung.....	16
9.3	Blei (titrimetrisches Verfahren mit EDTA).....	17
9.3.1	Reagenzien.....	17
9.3.2	Durchführung	17
9.3.3	Auswertung.....	17
9.4	Zink (titrimetrisches Verfahren mit EDTA).....	17
9.4.1	Reagenzien.....	17
9.4.2	Durchführung	18
9.4.3	Auswertung.....	18
9.5	Calcium (titrimetrisches Verfahren mit EDTA).....	18
9.5.1	Reagenzien.....	18
9.5.2	Durchführung	19
9.5.3	Auswertung.....	19
9.6	Eisen (iodometrisches Verfahren)	19
9.6.1	Kurzbeschreibung.....	19
9.6.2	Reagenzien.....	19
9.6.3	Durchführung	20
9.6.4	Auswertung.....	20
9.7	Zirkonium (titrimetrisches Verfahren mit EDTA)	21
9.7.1	Reagenzien.....	21
9.7.2	Durchführung	21
9.7.3	Auswertung.....	21
9.8	Barium.....	22
9.8.1	Verfahren A (gravimetrisches Verfahren)	22
9.8.2	Verfahren B (acidimetrisches Verfahren).....	22
10	Verfahren zur Bestimmung des Metallgehaltes von Mehrmetall-Trockenstoffen.....	24
11	Prüfbericht.....	24
	Literaturhinweise.....	25

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4619:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 4619:2010 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 4619:2017 wurde von CEN als prEN ISO 4619:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien 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 empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 35, *Paints and varnishes*.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 4619:1998), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen sind:

- a) nach aktuellen Forderungen wurde in 7.7.2.6 die Konzentration der Phenolphthalein-Indikatorlösung auf 0,5 % reduziert;
- b) der Text wurde redaktionell überarbeitet;
- c) die normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt die Anforderungen und die entsprechenden Prüfverfahren für Trockenstoffe für Beschichtungsstoffe und ähnliche Produkte fest. Die Anforderungen beziehen sich auf feste oder flüssige Trockenstoffe.

ANMERKUNG Es sind auch emulgierbare Trockenstoffe erhältlich, aber in dieser Internationalen Norm werden für diesen Typ keine Anforderungen festgelegt.

ACHTUNG — Die in dieser Internationalen Norm beschriebenen Verfahren sind von Chemikern oder von entsprechend angelerntem und/oder überwachtem Personal auszuführen. Die bei diesem Verfahren verwendeten Substanzen und Verfahren können gesundheitsschädlich sein, wenn keine geeigneten Vorsorgemaßnahmen getroffen werden. Diese Internationale Norm bezieht sich ausschließlich auf ihre technische Eignung und entbindet den Anwender nicht von gesetzlichen Verpflichtungen bezüglich des Gesundheitsschutzes.

Es wird insbesondere auf die gesundheitsschädigende Wirkung von Schwermetallen, die Bestandteil von Trockenstoffen sein können, hingewiesen (z. B. Kobalt, Blei, Cer, Zirkonium, Vanadium; siehe Abschnitte 3, 4 und 8).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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 1523, *Determination of flash point — Closed cup equilibrium method*

ISO 2811-1, *Paints and varnishes — Determination of density — Part 1: Pycnometer method*

ISO 2431, *Paints and varnishes — Determination of flow time by use of flow cups*

ISO 2592, *Petroleum and related products — Determination of flash and fire points — Cleveland open cup method*

ISO 3219, *Plastics — Polymers/resins in the liquid state or as emulsions or dispersions — Determination of viscosity using a rotational viscometer with defined shear rate*

ISO 3251, *Paints, varnishes and plastics — Determination of non-volatile-matter content*

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

ISO 4618, *Paints and varnishes — Terms and definitions*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 4618 und der folgende Begriff.

3.1
Trockenstoff
Verbindung, in der Regel eine Metallseife (Metallsalz einer organischen Säure), die oxidativ härtenden (trocknenden) Produkten zugesetzt wird, um den Trocknungsprozess zu beschleunigen

4 Beschreibungen

4.1 Feste Trockenstoffe

Feste Trockenstoffe sind Zubereitungen, die in harter, weicher (hochviskoser) oder Pulverform hergestellt werden können.

4.2 Flüssige Trockenstoffe

Flüssige Trockenstoffe sind Zubereitungen, die als Lösungen in organischen Lösemitteln, üblicherweise Testbenzin, geliefert werden.

All diese Typen von Trockenstoffen verleihen oxidativ härtenden Bindemitteln, wenn sie in Lösemitteln (üblicherweise Kohlenwasserstoffen) gelöst sind, spezifische Härtungs-/Trocknungs-Eigenschaften, die von dem verwendeten Metall abhängig sind.

4.3 Verwendete Metalle

Folgende Metalle werden üblicherweise für Trockenstoffe verwendet: Kobalt, Mangan, Blei, Zink, Calcium, Cer (oder andere Seltene Erden), Eisen, Zirkonium, Vanadium, Barium, Aluminium, Strontium usw.

ANMERKUNG In dieser Internationalen Norm werden nur Verfahren zur Bestimmung des Metallgehaltes für diejenigen Metalle angegeben, die üblicherweise verwendet werden.

4.4 Verwendete Säuren

Folgende Säuren werden verwendet: Leinöl-Fettsäuren, Tallöl-Fettsäuren, Harzsäuren, Naphthensäuren, 2-Ethylhexansäure, *iso*-Fettsäuren mit 9 Kohlenstoffatomen, andere Fettsäuren mit 9 bis 11 Kohlenstoffatomen usw.

5 Anforderungen und Prüfverfahren

5.1 Trockenstoffe für Beschichtungsstoffe müssen den Anforderungen in Tabelle 1 entsprechen.

Tabelle 1 — Anforderungen und Prüfverfahren

Eigenschaft	Anforderung	Prüfverfahren	
		Feste Trockenstoffe	Flüssige Trockenstoffe
Aussehen	klar und einheitlich; ohne suspendierte Anteile oder Bodensatz	Unterabschnitt 7.1	Unterabschnitt 8.1
Konsistenz, falls gefordert	wie zwischen den Vertragspartnern vereinbart	zwischen den Vertragspartnern zu vereinbaren	—
Farbe	wie zwischen den Vertragspartnern vereinbart	Unterabschnitt 7.2	Unterabschnitt 8.2
Löslichkeit (Mischbarkeit) in Lösemitteln, Rohleinöl und anderen trocknenden Bindemitteln	keine Phasentrennung oder Bodensatz	Unterabschnitt 7.3	Unterabschnitt 8.3
Stabilität der Lösung	klare Lösung; keine Trübung, Gelierung oder Absetzen	Unterabschnitt 7.4	Unterabschnitt 8.4

Eigenschaft		Anforderung	Prüfverfahren	
			Feste Trockenstoffe	Flüssige Trockenstoffe
Suspendierte Feststoffe	von flüssigen Trockenstoffen % (Massenanteil)	max. 0,1	—	Unterabschnitt 7.5
	von festen Trockenstoffen	wie zwischen den Vertragspartnern vereinbart	Unterabschnitt 7.5	—
Viskosität, nur für flüssige Trockenstoffe		wie zwischen den Vertragspartnern vereinbart	—	Unterabschnitt 8.5
Flüchtige Anteile bei 105 °C		wie zwischen den Vertragspartnern vereinbart	Unterabschnitt 7.6	Unterabschnitt 7.6
Flammpunkt		wie zwischen den Vertragspartnern vereinbart	ISO 2592	ISO 1523
Dichte		wie zwischen den Vertragspartnern vereinbart	zwischen den Vertragspartnern zu vereinbaren	ISO 2811-1
Acidität oder Basizität		wie zwischen den Vertragspartnern vereinbart	Unterabschnitt 7.7	Unterabschnitt 7.7
Trocknungseigenschaften		wie zwischen den Vertragspartnern vereinbart	zwischen den Vertragspartnern zu vereinbaren	zwischen den Vertragspartnern zu vereinbaren
Metallgehalt (Bereich)	bis 10 % (Massenanteil)	$\pm 0,2 \text{ \%}^a$	Abschnitt 9 oder 10	
	über 10 % (Massenanteil) bis 20 % (Massenanteil)	$\pm 0,3 \text{ \%}^a$		
	über 20 % (Massenanteil) bis 30 % (Massenanteil)	$\pm 0,4 \text{ \%}^a$		
	über 30 % (Massenanteil)	$\pm 0,5 \text{ \%}^a$		

^a Grenzabweichung (absoluter Wert) vom angegebenen oder vereinbarten Metallgehalt.

5.2 Trockenstoffe, die nach dem Handelsnamen der überwiegend verwendeten Säure benannt sind, müssen mindestens 90 % dieser Säure enthalten, mit Ausnahme von Trockenstoffen auf der Grundlage von Naphthensäuren, die mindestens 70 % dieser Säuren enthalten müssen, jeweils ausgedrückt als Massenanteil in Prozent der insgesamt vorhandenen Säuremenge.

ANMERKUNG Falls gewünscht, können Art und Massenanteil der Säuren, mit Ausnahme von Naphthensäuren, durch gaschromatographische (GC-)Analyse bestimmt werden.

6 Probenahme

Eine repräsentative Probe des zu prüfenden Trockenstoffes nehmen, wie in ISO 15528 beschrieben.

7 Prüfverfahren für feste Trockenstoffe

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

7.1 Aussehen und Konsistenz

Die Probe visuell auf Einheitlichkeit untersuchen. Wenn Anforderungen an die Konsistenz festgelegt sind, muss ein Verfahren zu ihrer Bestimmung zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden.

7.2 Farbe

Einen Massenteil des Trockenstoffes in einem Massenteil Testbenzin oder eines anderen vereinbarten Lösemittels lösen und die Farbe der Lösung gegen eine vereinbarte Probe oder einen Farbstandard vergleichen.

7.3 Löslichkeit in (Mischbarkeit mit) Lösemitteln, Rohleinöl oder anderen trocknenden Bindemitteln

5 g des Trockenstoffes mit 20 g eines vereinbarten Lösemittels (oder trocknenden Bindemittels) langsam mit einer Temperatursteigerung von 1 °C/min unter Rückfluss auf einem Sandbad unter Rühren erhitzen, bis eine homogene Lösung erhalten wird.

Die Lösung nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur auf Klarheit, Trübung, Phasentrennung oder Bodensatz untersuchen.

7.4 Stabilität der Lösung

Drei Teilmengen der Lösung, die nach dem in 7.3 festgelegten Verfahren erhalten wurde, 7 Tage in verschlossenen Flaschen, und zwar je eine bei den folgenden Temperaturen, stehen lassen:

- a) 0 °C;
- b) Raumtemperatur;
- c) 50 °C.

Nach einem Tag und nochmals nach 7 Tagen die Lösungen auf Klarheit, Trübung, Bodensatz oder Gelierung untersuchen. Die Flasche, die für die Prüfung bei 50 °C verwendet wird, muss dem entsprechenden Druck standhalten können.

7.5 Suspensierte Feststoffe

5 g des festen Trockenstoffes (oder 10 g des flüssigen Trockenstoffes) auf 0,1 g genau in einen Glaskolben einwiegen und in 100 g Testbenzin oder eines vereinbarten Lösemittels lösen (oder damit verdünnen). Den Kolben verschließen und 3 Tage bei Raumtemperatur stehen lassen. Dann die abgesetzten oder suspendierten Anteile über einen Glasfiliertiegel mit der Porosität P 16 (siehe ISO 4793[1]) abfiltrieren. Den auf dem Filter verbleibenden Rückstand mit dem Lösemittel waschen und 3 h bei 105 °C trocknen. Auf Raumtemperatur abkühlen und auf 1 mg genau wiegen.

Den Gehalt an suspendierten Feststoffen, als Massenanteil in Prozent, nach Formel (1) berechnen:

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

m_0 die Masse der Probe, in Gramm;

m_1 die Masse des Rückstandes, in Gramm.

7.6 Flüchtige Anteile

Nach ISO 3251 verfahren, wobei eine Glas- oder Aluminiumschale mit flachem Boden und eine Probe von $(1 \pm 0,02)$ g verwendet wird. Die Schale mit der Probe in einen auf (105 ± 2) °C eingestellten Wärmeschrank stellen und 3 h bei dieser Temperatur darin belassen.

7.7 Acidität oder Basizität

7.7.1 Kurzbeschreibung

Eine Lösung des Trockenstoffes in Toluol (Toluen)/2-Propanol wird über einen stark sauren Kationenaustauscher gegeben. In dem Eluat wird die Gesamt-Säure bestimmt. Von der ermittelten Gesamt-Säure wird die Säure, die an Metall gebunden ist, subtrahiert.

Wenn ein negativer Wert für die Acidität erhalten wird, handelt es sich bei dem geprüften Trockenstoff um einen basischen Trockenstoff.

Das Verfahren ist für Trockenstoffe anwendbar, die als Metalle Barium, Calcium, Kobalt, Blei oder Zink enthalten; es ist nicht anwendbar für Trockenstoffe, die als Metalle Cer, Eisen, Mangan oder Zirkonium enthalten.

In solchen Fällen muss ein Verfahren zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden.

7.7.2 Reagenzien

7.7.2.1 Kationenaustauscher: ein stark saures, am Ring sulfoniertes Polystyrolharz (z. B. Merck 1, Dowex 50, Amberlite IR 120)¹⁾.

7.7.2.2 2-Propanol.

7.7.2.3 Toluol (Toluen).

7.7.2.4 Salzsäure, etwa 5 % (Massenanteil)

7.7.2.5 Kaliumhydroxid-Standardlösung, etwa 0,2 mol/l in Ethanol 96 % (Volumenanteil).

7.7.2.6 Phenolphthalein-Lösung, 0,5 % (Massenanteil) in Ethanol 96 % (Volumenanteil).

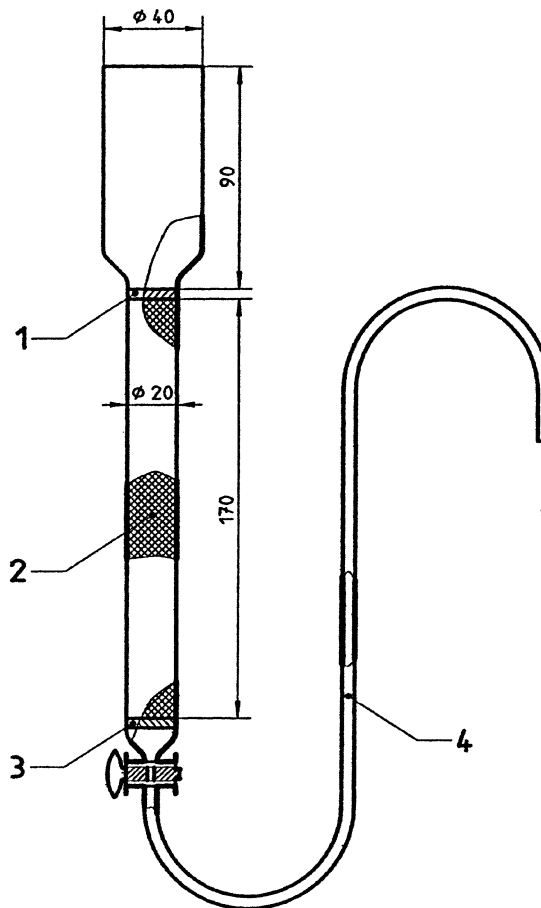
1) Dies sind Beispiele geeigneter kommerziell erhältlicher Produkte. Diese Angaben werden zur Erleichterung für die Anwender dieser Internationalen Norm gemacht und stellen keine Bestätigung dieser Produkte durch die ISO dar. ((Hinweis: Der Text der Fußnote fehlt in der englischen Referenzfassung))

7.7.3 Gerät

Übliches Labor- und Glasgerät, zusammen mit Folgendem:

7.7.3.1 Geeignete Ionenaustauscher-Säule, z. B. wie im Bild 1 gezeigt.

Maße in Millimeter



Legende

- 1 Schicht aus Glaswolle
- 2 Ionenaustauscherharz
- 3 Glasfiltertiegel
- 4 Kapillarrohr $\varnothing 2$

Bild 1 — Beispiel einer geeigneten Ionenaustauscher-Säule (siehe 7.7.3.1)

7.7.4 Vorbereitung der Ionenaustauscher-Säule

Die Ionenaustauscher-Säule (7.7.3.1) so mit gequollenem Ionenaustauscherharz (7.7.2.1) füllen, dass die Höhe des Ionenaustauscherharzes etwa 170 mm beträgt. Nach und nach 250 ml Salzsäure (7.7.2.4) in die Ionenaustauscher-Säule geben, um das Harz in die Wasserstoff-Form zu überführen. Langsam ablaufen lassen, mit etwa 1 bis 2 Tropfen/s (etwa 5 ml/min). Nachdem die Säure vollständig abgelaufen ist, das Harz nacheinander mit mehreren Portionen von je 350 ml Wasser waschen. Die letzten Waschflüssigkeiten dürfen gegenüber Lackmuspapier nicht sauer sein. Dann das Wasser in der Austauscher-Säule durch 50 ml 2-Propanol (7.7.2.2) und zum Schluss das 2-Propanol durch eine Mischung (1 + 1) aus 2-Propanol und Toluol (Toluen) (7.7.2.3) ersetzen.

Diese Säule nicht für mehr als 50 Milliäquivalente Gesamtmetall verwenden.

7.7.5 Durchführung

Etwa 8 g des zu prüfenden Trockenstoffes auf 1 mg genau in einen 100-ml-Messkolben einwiegen und in 50 ml Toluol (Toluen) (7.7.2.3) lösen. Bis zur Marke mit 2-Propanol (7.7.2.2) auffüllen und gut mischen. 25 ml dieser Lösung in die Ionenaustauscher-Säule (7.7.4) pipettieren und die Durchflussgeschwindigkeit auf 5 ml/min einstellen. Das Eluat in einem 500-ml-Erlenmeyerkolben auffangen. Wenn die gesamte Flüssigkeit durch das Harz gelaufen ist, die Austauscher-Säule mit 150 ml einer Mischung (1 + 1) aus 2-Propanol und Toluol (Toluen) waschen und die Waschflüssigkeit in dem 500-ml-Erlenmeyerkolben auffangen, bis alles abgelaufen ist. Einige Tropfen Phenolphthalein-Lösung (7.7.2.6) zum Eluat geben und dieses mit der Kaliumhydroxid-Lösung (7.7.2.5) bis zum Endpunkt titrieren.

7.7.6 Auswertung

Die Acidität oder Basizität, in Milligramm Kaliumhydroxid (KOH) je Gramm, wird nach Formel (2) berechnet:

$$56,1 \left(\frac{4 \times V \times T}{m} - \frac{10 \times c \times n}{A} \right) \quad (2)$$

Dabei ist

- V das Volumen der Kaliumhydroxid-Lösung (7.7.2.5), das zum Titrieren benötigt wurde, in Milliliter;
- T die genaue Konzentration der Kaliumhydroxid-Lösung (7.7.2.5), in Mol KOH je Liter;
- c der Metallgehalt des Trockenstoffes, bestimmt nach Abschnitt 9, als Massenanteil in Prozent;
- n die Wertigkeit des Metalls im Trockenstoff;
- m die Masse der Probe, in Gramm;
- A die relative Atommasse des Metalls im Trockenstoff.

Bei Mehrmetall-Trockenstoffen muss der Faktor $\frac{c \times n}{A}$ unter Berücksichtigung ihrer Zusammensetzung berechnet werden.

8 Prüfverfahren für flüssige Trockenstoffe

8.1 Aussehen

Die Probe visuell auf Einheitlichkeit, Klarheit, suspendierte Stoffe oder Bodensatz untersuchen.

8.2 Farbe

Die Farbe des flüssigen Trockenstoffes mit der Farbe einer vereinbarten Probe oder eines Farbstandards vergleichen.

8.3 Löslichkeit in (Mischbarkeit mit) Lösemitteln, Rohleinöl oder anderen trocknenden Bindemitteln

Folgende Mischung herstellen:

Rohleinöl, nach ISO 150 (siehe Anmerkung):	16 Volumenteile
Lösemittel auf Mineralölbasis, z. B. Testbenzin mit einem Aromatengehalt von etwa 25 % (Volumenanteil) (siehe folgenden Text):	4 Volumenteile
Zu prüfender Trockenstoff (in Standard-Konzentration) (siehe folgenden Text):	1 Volumenteil

ANMERKUNG Für Trockenstoffe, die Calcium, Barium oder Seltene Erden enthalten, sollte anstelle von Leinöl ein oxidativ härtendes Alkydharz [nichtflüchtiger Anteil mindestens 60 % (Massenanteil)] verwendet werden.

Die Mischung bei Raumtemperatur 6 h stehen lassen und anschließend auf Klarheit untersuchen. Trübung, Phasentrennung oder Bodensatz notieren.

Der genaue Aromatengehalt muss zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden. Für diese Prüfung wird die Standard-Konzentration, in Prozent (Massenanteil), definiert als:

6	Co
6	Mn
24	Pb
8	Zn
4	Ca
6	Ce (oder andere Seltene Erden)
6	Fe
6	Zr
12,5	Ba

Trockenstoffe, die in höherer Konzentration vorliegen als vorstehend angegeben, mit Testbenzin verdünnen, bis die Standard-Konzentration erreicht ist.

8.4 Stabilität der Lösung

Drei Mischungen aus 10 g flüssigem Trockenstoff und 10 g Lösemittel auf Mineralölbasis (dessen genauer Aromatengehalt zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden muss) herstellen und in verschlossenen Flaschen 7 Tage bei folgenden Temperaturen stehen lassen:

- a) 0 °C;
- b) Raumtemperatur;
- c) 50 °C.

Nach dieser Zeit die Lösungen auf Klarheit untersuchen. Trübung, Bodensatz oder Gelierung notieren.

Die Flasche, die für die Prüfung bei 50 °C verwendet wird, muss dem entstehenden Druck standhalten können.