

DIN ISO 127



ICS 83.040.10

Einsprüche bis 2020-06-24
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 127:2014-03

Entwurf

**Naturkautschuk-Latex-Konzentrat –
Bestimmung der KOH-Zahl (ISO 127:2018);
Text Deutsch und Englisch**

Rubber, natural latex concentrate –
Determination of KOH number (ISO 127:2018);
Text in German and English

Latex concentré de caoutchouc naturel –
Détermination de l'indice de potasse (ISO 127:2018);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-04-24 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 nmp@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 Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 29 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Reagenzien	6
5 Geräte	7
6 Probenahme	7
7 Durchführung	7
8 Auswertung	8
9 Präzision	9
10 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Bestimmung der Konzentration der Formaldehyd-Lösung	10
A.1 Allgemeines	10
A.2 Reagenzien	10
A.3 Durchführung	10
A.4 Auswertung	10
Anhang B (informativ) Beispiel einer Titration und Berechnung des Endpunktes	12
Anhang C (informativ) Präzisionsdaten	14
C.1 Allgemeines	14
C.2 Wiederholpräzision	14
C.3 Vergleichpräzision	14
C.4 Bias	15
Literaturhinweise	16

Bilder

Bild B.1 — Kurve zur Veranschaulichung der pH-Veränderung während der Titration	13
---	----

Tabellen

Tabelle B.1 — Beispiel einer Titration zur Veranschaulichung der pH-Veränderung	12
Tabelle C.1 — Abschätzung der Präzision für die Bestimmung der KOH-Zahl	15

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 127:2012, die im Technischen Komitee ISO/TC 45 „Rubber and rubber products“ (Sekretariat: DSM, Malaysia), SC 3 „Raw materials (including latex) for use in the rubber industry“ erarbeitet wurde.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-04-35 AA „Rohmaterialien (einschließlich Latex) für die Kautschukindustrie“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

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 123	siehe	DIN ISO 123
ISO 125	siehe	DIN ISO 125
ISO 976	siehe	DIN ISO 976
ISO 1382	siehe	DIN ISO 1382
ISO 1802	siehe	DIN ISO 1802

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 ISO 127:2014-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Ergänzung von Abschnitt 7 um die Berechnung des für die Verdünnung von Latex erforderlichen Wassers;
- b) redaktionelle Anpassungen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 123, *Kautschuk-Latex — Probenahme*

DIN ISO 125, *Naturkautschuk-Latex-Konzentrat — Bestimmung der Alkalität*

DIN ISO 976, *Kautschuk und Kunststoffe — Polymer-Dispersionen und Kautschuk-Latices — Bestimmung des pH-Wertes*

DIN ISO 1382, *Kautschuk — Vokabular*

DIN ISO 1802, *Naturkautschuk-Latex-Konzentrat — Bestimmung des Gehaltes an Borsäure*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 45 „*Rubber and rubber products*“, Unterkomitee SC 3 „*Raw materials (including latex) for use in the rubber industry*“ erarbeitet.

Diese fünfte Ausgabe ersetzt die vierte Ausgabe (ISO 127:2012), die technisch überarbeitet wurde, um in Abschnitt 7 die Berechnung des erforderlichen Wassers für die Verdünnung von Latex hinzuzufügen.

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.

WARNUNG — Personen, die mit diesem Dokument arbeiten, sollten mit den üblichen Laboratoriumsarbeiten vertraut sein. Dieses Dokument erhebt nicht den Anspruch, alle Sicherheitsprobleme anzusprechen, außer denen, die eventuell bei Anwendung der Norm auftreten können. Der Anwender ist verantwortlich für die Einhaltung entsprechender Sicherheitsvorkehrungen und Gesundheitsvorsorge.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der KOH-Zahl von Naturkautschuk-Latex-Konzentraten fest, die ganz oder teilweise mit Ammoniak konserviert sind.

Das Verfahren ist anwendbar auf borsäurehaltige, jedoch nicht auf mit Kaliumhydroxid konservierte Latices.

Es ist nicht unbedingt anwendbar auf Latices anderen Ursprungs als *Hevea brasiliensis* oder auf Synthesekautschuk-Latices, Latex-Mischungen, vulkanisierten Latex oder künstliche Kautschuk-Dispersionen.

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 123, *Rubber latex — Sampling*

ISO 124, *Latex, rubber — Determination of total solids content*

ISO 125, *Natural rubber latex concentrate — Determination of alkalinity*

ISO 976, *Rubber and plastics — Polymer dispersions and rubber latices — Determination of pH*

ISO 1802, *Natural rubber latex concentrate — Determination of boric acid content*

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 <http://www.iso.org/obp>

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

3.1

KOH-Zahl

<Latex> Menge in Gramm an Kaliumhydroxid, die den an Ammoniak gebundenen Säureresten im Latex-Konzentrat, das 100 g Trockensubstanz enthält, äquivalent ist

[QUELLE: ISO 1382:2012, 2.249, modifiziert — Anmerkung 1 zum Begriff wurde entfernt.]

4 Reagenzien

Für die Analyse sind ausschließlich Reagenzien des Reinheitsgrades „zur Analyse“ und destilliertes Wasser, frei von gelöstem Kohlenstoffdioxid, oder Wasser mit vergleichbarer Reinheit zu verwenden.

4.1 Kaliumhydroxid, Standard-Titrationslösung $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, carbonatfrei.

4.2 Kaliumhydroxid, Standard-Titrationslösung $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/dm}^3$, carbonatfrei.

4.3 Formaldehyd, 45 g bis 50 g in 1 dm³ Lösung [$c(\text{HCHO}) = 1,5 \text{ mol/dm}^3$ bis $1,67 \text{ mol/dm}^3$], säurefrei, hergestellt durch Verdünnen von konzentriertem Formaldehyd mit Wasser. Mit $0,1 \text{ mol/dm}^3$ Kaliumhydroxid-Lösung (4.1) ist gegen Phenolphthalein als Indikator bis nach schwach rosa zu neutralisieren.

Anhang A beschreibt das Verfahren für die Bestimmung der Konzentration der Formaldehyd-Lösung.

5 Geräte

Allgemein übliche Laborgeräte sowie:

5.1 pH-Messgerät nach ISO 976, ablesbar auf 0,01 Einheiten.

5.2 Glaselektrode eines geeigneten Typs zur Verwendung in Lösungen mit einem pH-Wert bis 12,0.

5.3 Mechanischer Rührer mit geerdetem Motor und Glasrührer oder Magnetrührer.

Ein automatischer Titrator darf eingesetzt werden, wenn nachgewiesen wurde, dass dieser zum gleichen Ergebnis führt wie das Standardverfahren.

6 Probenahme

Die Probenahme erfolgt nach einem der in der ISO 123 festgelegten Verfahren.

7 Durchführung

Das pH-Messgerät ist nach dem in ISO 976 festgelegten Verfahren zu kalibrieren. Wenn der Wert des Trockensubstanzgehalts w_{TS} und die Alkalität A des Latex nicht bekannt sind, dann sind diese nach ISO 124 beziehungsweise ISO 125 zu bestimmen. Bei borsäurehaltigem Latex ist der Gehalt nach ISO 1802 zu bestimmen, falls dieser nicht bekannt ist.

Es ist eine Doppelbestimmung durchzuführen.

In ein 400-cm³-Becherglas ist auf 0,1 g eine Prüfprobe (Einwaage m) des Latex-Konzentrates, die etwa 50 g Trockensubstanz enthält, einzuwägen. Wenn nötig, ist die Alkalität auf $(0,5 \pm 0,1) \%$, berechnet auf Ammoniak in wässriger Phase, unter Rühren durch Zusatz der entsprechenden Menge Formaldehyd-Lösung (4.3) einzustellen.

Das Volumen (V_f) der zuzusetzenden Formaldehydlösung ist nach der folgenden Gleichung (1) in cm³ zu berechnen:

$$V_f = \frac{m(100 - w_{\text{TS}})(A - 0,5)}{113,4c(\text{HCHO})} \quad (1)$$

Dabei ist

m die Einwaage der Prüfprobe, in g;

w_{TS} der Trockensubstanzgehalt des Latex-Konzentrates, als Massenanteil in %;

A die Alkalität (wässrige Phase);

$c(\text{HCHO})$ die tatsächliche Konzentration in mol je dm³ der Formaldehydlösung (4.3).

Der Latex ist mit Wasser auf etwa 30 % Trockensubstanzgehalt zu verdünnen.

Das Volumen von Wasser (V_w), das benötigt wird, um den Latex auf etwa 30 % der Trockensubstanz zu verdünnen, ist nach Gleichung (2) zu berechnen:

$$V_w = 166,7 - (m + V_f) \quad (2)$$

Dabei ist

m die Einwaage der Prüfprobe, in g;

V_f das Volumen, in cm^3 , der Formaldehyd-Lösung;

V_w die Menge des benötigten Wassers, in g.

Die Elektroden des pH-Messgerätes (5.1) sind in das verdünnte Latex-Konzentrat zu tauchen, und der pH-Wert ist zu notieren.

- a) Liegt der anfängliche pH-Wert unter 10,3, sind langsam unter Rühren mit Glas- oder Magnetprührer (5.3) 5 cm^3 $0,5 \text{ mol/dm}^3$ Kaliumhydroxid-Lösung (4.2) zuzugeben. Der daraus resultierende pH-Wert ist zu notieren. Unter weiterem Rühren sind in regelmäßigen Abständen (z. B. alle 15 s) je 1 cm^3 $0,5 \text{ mol/dm}^3$ Kaliumhydroxid-Lösung (4.2) zuzugeben. Nach jeder Zugabe ist der entsprechende pH-Wert zu notieren, bis der Endpunkt überschritten ist.
- b) Beträgt der anfängliche pH-Wert 10,3 oder mehr, sind in regelmäßigen Abständen (z. B. alle 15 s) je 1 cm^3 $0,5 \text{ mol/dm}^3$ Kaliumhydroxid-Lösung (4.2) zuzugeben. Nach jeder Zugabe ist der entsprechende pH-Wert zu notieren, bis der Endpunkt überschritten ist.

Der Endpunkt der Titration ist der Wendepunkt der Titrationskurve, die durch Auftragen des pH-Werts gegen das Volumen in cm^3 der zugefügten Kaliumhydroxid-Lösung entsteht. An diesem Punkt erreicht die Steilheit der Kurve, d. h. der erste Differenzenquotient, ein Maximum, und der zweite Differenzenquotient wechselt von einem positiven zu einem negativen Wert. Der Endpunkt ist aus dem zweiten Differenzenquotienten unter der Annahme, dass der Wechsel von einem positiven zu einem negativen Wert in einem linearen Zusammenhang mit der Intervallzugabe von je 1 cm^3 Kaliumhydroxid-Lösung steht, zu berechnen.

Ein Beispiel einer Titration und Berechnung des Endpunktes ist in Anhang B gegeben.

Die Ergebnisse von Doppelbestimmungen dürfen nicht mehr als 5 % Massenanteil voneinander abweichen.

8 Auswertung

Die KOH-Zahl K ist nach folgender Gleichung (3) zu berechnen:

$$K = \frac{561c \times V}{w_{\text{TS}} \times m} \quad (3)$$

Dabei ist

c die tatsächliche Konzentration der Kaliumhydroxid-Lösung (4.2), in mol je dm^3 ;

V das Volumen der $0,5 \text{ mol/dm}^3$ -Kaliumhydroxid-Lösung (4.2), in cm^3 , das zur Erreichung des Endpunktes erforderlich ist;

w_{TS} der Trockensubstanzgehalt des Latex-Konzentrates, als Massenanteil in %;

m die Einwaage der Prüfprobe, in g.

Bei borsäurehaltigem Latex-Konzentrat ist die dem Borsäuregehalt äquivalente KOH-Zahl von der oben genannten KOH-Zahl zu subtrahieren. Die dem Borsäuregehalt K_{BA} äquivalente KOH-Zahl ist nach folgender Gleichung (4) zu berechnen:

$$K_{BA} = 91 \times \frac{w_{BA}}{w_{TS}} \quad (4)$$

Dabei ist

w_{BA} der Borsäuregehalt des Latex-Konzentrates, als Massenanteil in %;

w_{TS} der Trockensubstanzgehalt des Latex-Konzentrates, als Massenanteil in %.

9 Präzision

Siehe Anhang C.

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss die folgenden Informationen enthalten:

- a) eine Verweisung auf dieses Dokument, d. h. ISO 127:2018;
- b) alle notwendigen Angaben für die vollständige Identifizierung der Probe;
- c) alle notwendigen Angaben zur genauen Bezeichnung des verwendeten pH-Messgerätes;
- d) das Prüfergebnis;
- e) den Korrekturfaktor für Borsäure, sofern vorhanden;
- f) jede Abweichung, vereinbart oder nicht, von dem in diesem Dokument festgelegten oder als optional angegebenen Verfahren;
- g) das Prüfdatum.