



SLOVENSKI STANDARD
oSIST prEN ISO 4629-1:2015
01-marec-2015

**Veziva za barve in lake - Ugotavljanje bazičnosti - Titrimetrijska metoda - 1. del:
Titrimetrijska metoda brez uporabe katalizatorja (ISO/DIS 4629-1:2014)**

Binders for paints and varnishes - Determination of hydroxyl value - Titrimetric method -
Part 1: Titrimetric method without using a catalyst (ISO/DIS 4629-1:2014)

Bindemittel für Beschichtungsstoffe - Bestimmung der Hydroxylzahl - Teil 1: Verfahren
ohne Katalysator (ISO/DIS 4629-1:2014)

Liants pour peintures et vernis - Détermination de l'indice d'hydroxyle - Méthode
titrimétrique - Partie 1: Méthode titrimétrique sans catalyseur (ISO/DIS 4629-1:2014)

Ta slovenski standard je istoveten z: prEN ISO 4629-1

ICS:

87.060.20 Veziva Binders

oSIST prEN ISO 4629-1:2015 de

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

ENTWURF
prEN ISO 4629-1

Dezember 2014

ICS 87.060.20

Vorgesehen als Ersatz für EN ISO 4629:1998

Deutsche Fassung

Bindemittel für Beschichtungsstoffe - Bestimmung der Hydroxylzahl - Teil 1: Verfahren ohne Katalysator (ISO/DIS 4629-1:2014)

Binders for paints and varnishes - Determination of hydroxyl value - Titrimetric method - Part 1: Titrimetric method without using a catalyst (ISO/DIS 4629-1:2014)

Liants pour peintures et vernis - Détermination de l'indice d'hydroxyle - Méthode titrimétrique - Partie 1: Méthode titrimétrique sans catalyseur (ISO/DIS 4629-1:2014)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen Umfrage vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 139 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde vom CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum des CEN-CENELEC mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

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

Warnvermerk : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien	4
6 Geräte.....	6
7 Probenahme	6
8 Durchführung	6
8.1 Bestimmung	7
8.2 Blindversuch	8
8.3 Bestimmung der Säurezahl	8
9 Auswertung	8
10 Präzision	9
11 Prüfbericht.....	9
Literaturhinweise	10

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4629-1:2014) 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 vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 4629:1998 ersetzen.

Die hauptsächlichen Änderungen sind:

- a) die Norm wurde neu als EN ISO 4629-1 benannt;
- b) die Norm wurde redaktionell überarbeitet und die normativen Verweisungen wurden aktualisiert;
- c) die Konzentration der Phenolphthalein-Lösung wurde geändert.

EN ISO 4629 mit dem allgemeinen Titel „*Bindemittel für Beschichtungsstoffe - Bestimmung der Hydroxylzahl*“ besteht aus den folgenden Teilen:

— *Teil 1: Verfahren ohne Katalysator*

— *Teil 2: Verfahren mit Katalysator*

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 4629-1:2014 wurde vom CEN als prEN ISO 4629-1:2014 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

prEN ISO 4629-1:2014 (D)

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 4629 legt ein titrimetrisches Verfahren zum Bestimmen von freien Hydroxylgruppen in Bindemitteln und Bindemittellösungen für Beschichtungsstoffe fest. Die Hydroxylgruppen können als mehrwertige Alkohole, partielle Ester, endständige Polyestergruppen oder hydroxylierte Fettsäuren vorliegen.

Das Verfahren ist nicht für Harze geeignet, die gleichzeitig Hydroxylgruppen und Epoxidgruppen enthalten, weil letztere in das Ergebnis eingehen. Ebenfalls nicht geeignet ist das Verfahren für Cellulosenitrat und Phenolharze.

ANMERKUNG 1 Wenn im Falle von Bindemittellösungen nur die Hydroxylzahl des Bindemittels zu bestimmen ist, sollte beachtet werden, dass auch andere Bestandteile der Bindemittellösung Hydroxylgruppen enthalten können.

ANMERKUNG 2 Ein Verfahren zum Bestimmen der Hydroxylzahl von Epoxidharzen ist in ISO 7142 [1] festgelegt.

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 385-1, *Laboratory glassware — Burettes — Part 1: General requirements*

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

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

ISO 2114:2000, *Plastics (polyester resins) and paints and varnishes (binders) — Determination of partial acid value and total acid value*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Hydroxylzahl

Anzahl Milligramm Kaliumhydroxid (KOH), die den Hydroxylgruppen entspricht, welche unter festgelegten Prüfbedingungen in 1 g des geprüften Produktes acetyliert werden

4 Kurzbeschreibung

Die in einer Probe enthaltenen Hydroxylgruppen werden mit Essigsäureanhydrid acetyliert. Das überschüssige Essigsäureanhydrid wird hydrolysiert und die entstehende Essigsäure mit Kaliumhydroxid-Standardlösung titriert, entweder in Anwesenheit eines Farbindikators oder potentiometrisch.

ANMERKUNG Primäre und sekundäre Amine, falls vorhanden, werden auch acetyliert. In solchen Fällen ist dies bei der Berechnung der Hydroxylgruppen zu berücksichtigen.

5 Reagenzien

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

5.1 Kaliumhydrogenphthalat $[C_6H_4(COOH)_2HK]$.

5.2 Ethylacetat (Essigsäureethylester), wasserfrei.

5.3 Toluol/Butanol-Gemisch, 1 + 2 Volumenteile.

5.4 Pyridin/Wasser-Gemisch, 3 + 1 Volumenteile.

5.5 Acetylierungsreagenz.

4,0 g p-Toluensulfonsäuremonohydrat ($\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{H}_2\text{O}$) in 100 ml Ethylacetat (5.2) lösen, vorzugsweise unter Verwendung eines Magnetrührers.

Zu dieser Lösung langsam unter Rühren 33 ml Essigsäureanhydrid geben. Prüfen, dass 5 ml dieses Reagenzes bei der Titration ein Volumen zwischen 40 ml und 50 ml Kaliumhydroxid-Lösung (5.6) zur Neutralisation verbrauchen.

5.6 Kaliumhydroxid, Maßlösung, c (KOH) \approx 0,5 mol/l, in Methanol.

ANMERKUNG Ethanol darf auch verwendet werden, wenn das zu prüfende Produkt in Ethanol löslich ist.

5.6.1 Herstellung

28 g Kaliumhydroxid auf 0,05 g einwiegen und in einer möglichst kleinen Menge Wasser in einem 1 000-ml-Messkloben lösen. Mit Methanol bis zur Marke auffüllen und gut mischen.

5.6.2 Einstellung

2,5 g Kaliumhydrogenphthalat (5.1), das vorher bei etwa 120 °C bis zur Massenkonstanz getrocknet und in einem Exsikkator abgekühlt wurde, auf 0,01 g in einen 250-ml-Kolben einwiegen. 150 ml frisch gekochtes und abgekühltes Wasser zugeben und rühren, bis alles gelöst ist.

Mit der nach 5.6.1 hergestellten Kaliumhydroxid-Lösung gegen Phenolphthalein (5.7) als Indikator titrieren, bis eine rote Färbung entsteht, die mindestens 10 s bestehen bleibt.

Die Konzentration c , in Mol Hydroxylionen (OH^-) je Liter, der Kaliumhydroxid-Lösung nach Gleichung (1) berechnen:

$$c = \frac{m}{V} \cdot \frac{1000}{204,22} \quad (1)$$

Dabei ist

m die Masse, in Gramm, Kaliumhydrogenphthalat;

V das Volumen, in Milliliter, der für die Titration verwendeten Kaliumhydroxid-Lösung;

204,22 die relative Molmasse, in Gramm je Mol, von Kaliumhydrogenphthalat.

5.7 Phenolphthalein, Lösung von 5 g/l in Ethanol, 95 % (Volumenanteil), in Methanol oder in 2-Propanol (Isopropanol).

5.8 Mischindikatorlösung.

3 Volumenteile einer ethanolischen Lösung von Thymolblau, 1 g/l, mit 1 Volumenteil einer ethanolischen Lösung von Kresolrot, 1 g/l, mischen.

prEN ISO 4629-1:2014 (D)

6 Geräte

Übliches Labor- und Glasgerät, zusammen mit Folgendem.

6.1 Erlenmeyerkolben, etwa 250 ml, mit Schliff.

6.2 Rückflusskühler, mit Schliff, passend zum Erlenmeyerkolben (6.1).

6.3 Mikrobürette oder **Pipette**, die den Anforderungen der Klasse A nach ISO 468 entspricht, 5 ml, für das Acetylierungsreagenz (5.5).

WARNUNG — Wegen der ätzenden Eigenschaften der Reagenzes darf eine Pipette nicht durch Ansaugen mit dem Mund gefüllt werden.

6.4 Bürette, 50 ml, entsprechend den Anforderungen in ISO 385-1, für die Kaliumhydroxid-Lösung (5.6).

6.5 Heizbad, z. B. Ölbad oder Sandbad, das auf (50 ± 1) °C gehalten werden kann.

6.6 Gerät für die potentiometrische Titration, mit Glaselektrode und Bezugselektrode. Die Anwendung dieses Gerätes ist freigestellt (siehe 8.3).

7 Probenahme

Eine repräsentative Probe des zu prüfenden Produktes nehmen, wie in ISO 15528 festgelegt.

8 Durchführung

Aus Tabelle 1 die zu verwendende Probenmenge auswählen. Wenn die Hydroxylzahl nicht bekannt ist, eine Probenmenge von 2,0 g verwenden und eine Vorprüfung durchführen.