

Bestimmung der Iodzahl

Teil 1: Verfahren mit Wijs-Lösung

DIN
53241-1

ICS 71.040.40

Ersatz für Ausgabe 1981-06

Deskriptoren: Iodzahl, Wijs-Lösung

Determination of iodine value — Part 1: Methods using Wijs solution

Détermination de l'indice d'iode — Partie 1: Méthodes utilisées la solution de Wijs

In dieser Norm bedeutet % bei Angabe von Gehalten von Lösungen Massenanteil in Prozent. Falls nichts anderes angegeben wird, gilt für Reagenzien der Reinheitsgrad "zur Analyse". Reagenzlösungen ohne Angabe des Lösemittels sind Lösungen in destilliertem Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit. Bei analytischen Arbeitsgängen bedeutet Wasser destilliertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit.

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom FA-Arbeitsausschuß 2 "Lackrohstoffe" ausgearbeitet.

Änderungen

Gegenüber der Ausgabe Juni 1981 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- In 9.2 (modifiziertes Verfahren nach Hofmann/Green) wurde die Standzeit von 5 min auf 15 min verlängert.
- Von der Benutzung von Trichlormethan, Trichlorethan und Tetrachlorethen als Lösemittelbestandteil der Wijs-Lösung wird wegen der bestehenden Sicherheitsvorschriften abgeraten.
- Die Norm wurde redaktionell überarbeitet und auf den neuesten Stand gebracht.

Frühere Ausgaben

DIN 53241-1: 1973-12, 1981-06

1 Anwendungsbereich

Die Verfahren nach dieser Norm (Verfahren ohne Katalysator nach Wijs und modifiziertes Verfahren mit Katalysator nach Hofmann/Green) dienen zur Bestimmung der Iodzahl von Fetten, Fettsäuren, Ölen, Natur- und Kunstharzen¹⁾, Styrol (Styren) und Styrolderivaten sowie Lösemitteln²⁾, siehe auch Anhang A.

Bei Stoffen mit konjugierten Doppelbindungen ist die Bestimmung der Iodzahl nach Woburn nach DIN 55936 vorzuziehen, da die Iodzahlbestimmung mit Iodmonochlorid bei diesen kein Maß für die Gesamtheit der Doppelbindungen ist. Auch bei Stoffen, bei denen das Halogen nicht nur addiert wird, sondern es auch substituierend wirkt, z. B. am tertiären Kohlenstoff, ergibt die Iodzahl nach Wijs Werte mit ausreichender Vergleichbarkeit, die jedoch nicht stöchiometrisch für den Grad der Ungesättigtheit sind.

Bei ungesättigten Kohlenwasserstoffharzen, Monomeren und Lösemitteln gibt die Bromzahl nach DIN 51774-1 bis DIN 51774-3 oft stöchiometrisch gleiche Werte mit manchmal besserer Wiederholbarkeit. Der apparative Aufwand ist allerdings höher.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 8120-1

Begriffe im Waagenbau — Gruppeneinteilung — Benennungen und Definitionen von Waagen

DIN 12242-1

Laborgeräte aus Glas — Kegelschliffe für austauschbare Verbindungen — Maße, Toleranzen

¹⁾ Begriffe Naturharz und Kunstharz siehe DIN 55958.

²⁾ Begriff Lösemittel siehe DIN 55945.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Normenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe (FA) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN

DIN 12650-3

Mechanische, physikalische und elektrische Laborgeräte — Volumenmeßgeräte mit Hubkolben — Dispenser

DIN 12700-4

Laborgeräte aus Glas — Büretten, Büretten mit Schraubventil

DIN 12700-5

Laborgeräte aus Glas — Büretten, Büretten auf Vorratsflasche, Nullpunkteinstellung durch Abhebern (Büretten nach Pellet)

DIN 51774-1

Prüfung flüssiger Brennstoffe — Bestimmung der Bromaufnahme nach dem elektrometrischen Dead-Stop-Verfahren an Proben mit einer Bromaufnahme über 0,5 g/100 g (BA)

DIN 51774-2

Prüfung flüssiger Brennstoffe — Bestimmung der Bromaufnahme nach dem elektrometrischen Dead-Stop-Verfahren an Proben mit einer Bromaufnahme bis 0,5 g/100 g (BB)

DIN 51774-3

Prüfung flüssiger Brennstoffe — Bestimmung der Bromaufnahme nach dem iodometrischen Verfahren (BC)

DIN 51848-1

Prüfung von Mineralölen — Präzision von Prüfverfahren — Allgemeines, Begriffe und ihre Anwendung auf Mineralölnormen, die Anforderungen enthalten

DIN V 53242-1

Rohstoffe für Lacke und Anstrichstoffe — Probenahme — Begriffe, Allgemeine Regeln

DIN 53242-2

Rohstoffe für Anstrichstoffe — Probenahme — Flüssigkeiten

DIN 53242-3

Rohstoffe für Anstrichstoffe — Probenahme — Hochviskose Stoffe

DIN 53242-4

Rohstoffe für Anstrichstoffe — Pigmente — Probenahme — Feste Stoffe

DIN 55936

Bindemittel für Lacke und ähnliche Beschichtungstoffe — Rohes Holzöl — Anforderungen und Prüfung

DIN 55945

Beschichtungstoffe (Lacke, Anstrichstoffe und ähnliche Stoffe) — Begriffe

DIN 55958

Harze — Begriffe

3 Bezeichnung des Verfahrens

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung der Iodzahl nach Wijs (A):

Prüfung DIN 53241-1 — A

Zur vollständigen Beschreibung des Verfahrens und zur Beurteilung von Ergebnissen reicht die Angabe der Norm-Bezeichnung nicht aus. Zusätzlich zu dieser Bezeichnung sind Angaben nach 11 c) und d) erforderlich.

4 Begriff

Die Iodzahl ist eine Kennzahl, die ausdrückt, welche Menge Halogen in g Iod unter festgelegten Bedingungen an 100 g der Probe angelagert wird. Sie kennzeichnet den Grad der Ungesättigtheit der Probe.

5 Probenahme

Aus dem zu prüfenden Produkt wird nach DIN V 53242-1 und DIN 53242-2, DIN 53242-3 bzw. DIN 53242-4 eine Durchschnittsprobe genommen, die für mindestens 2 Bestimmungen ausreicht.

6 Anzahl der Bestimmungen

Die Iodzahl wird mindestens zweimal bestimmt.

7 Gerät

7.1 250- bis 500-ml-Erlenmeyerkolben mit Normschliff, z. B. NS 29/32 nach DIN 12242-1, und Schliffstopfen

7.2 50-ml-Bürette nach DIN 12700-4 oder DIN 12700-5 oder Dispenser nach DIN 12650-3

7.3 Analysenwaage³⁾

8 Reagenzien

8.1 Essigsäure, 99% bis 100%

8.2 Lösemittel

Nach 9.1.3

8.3 Iodtrichlorid

8.4 Iod

8.5 Quecksilber(II)-acetat-Lösung, 2,5% in Essigsäure

8.6 Kaliumiodid-Lösung, 10%, iodatfrei

8.7 Natriumthiosulfat-Lösung, 0,1 mol/l

24,8 g bis 25,0 g Natriumthiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) und 0,2 g Natriumcarbonat, wasserfrei (Na_2CO_3) im Meßkolben mit Wasser zu einem Liter lösen und gegen Kaliumdichromat-Lösung

$$c \frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 0,1 \text{ mol/l}$$

einstellen (Titer t siehe Abschnitt 10).

Die Einstellung muß etwa wöchentlich kontrolliert werden.

ANMERKUNG: Die Kaliumdichromat-Lösung ist durch Auflösen von 4,9032 g Kaliumdichromat in Wasser und Auffüllen auf 1000 ml herzustellen.

8.8 Wijs-Lösung, die wie folgt hergestellt wird⁴⁾:

(8 ± 0,1) g Iodtrichlorid und (9 ± 0,1) g gepulvertes Iod in 1000 ml Essigsäure lösen, was unter Rühren 3 bis 4 Stunden dauert. Die Lösung muß durch einen kleinen Überschuß an Iod eine dunkelbraune Färbung erhalten.

³⁾ Begriff Analysenwaage siehe DIN 8120-1.

⁴⁾ Über Bezugsquellen für gebrauchsfertig angesetzte Wijs-Lösung gibt Auskunft: DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin.