

DIN EN ISO 150



ICS 87.060.20

Ersatz für
DIN 55930:1992-11,
DIN 55932:1994-11,
DIN 55933:1990-11 und
DIN 55934:1992-11

**Rohleinöl, Lackleinöl und Leinölfirnis für Beschichtungsstoffe –
Anforderungen und Prüfung (ISO 150:2006);
Deutsche Fassung EN ISO 150:2007**

Raw, refined and boiled linseed oil for paints and varnishes –
Specifications and methods of test (ISO 150:2006);
German version EN ISO 150:2007

Huiles de lin brutes, raffinées et cuites, pour peintures et vernis –
Spécifications et méthodes d'essai (ISO 150:2006);
Version allemande EN ISO 150:2007

Gesamtumfang 16 Seiten

Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm EN ISO 150 fällt in den Zuständigkeitsbereich des Technischen Komitees CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ (Sekretariat: DIN, Deutschland). Die ihr zu Grunde liegende Internationale Norm ISO 150 wurde vom ISO/TC 35/SC 10 „Test methods for binders for paints and varnishes“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) ausgearbeitet. Die Deutsche Norm DIN EN ISO 150 fällt in den Zuständigkeitsbereich des NA 002-00-02 AA „Lackrohstoffe“.

Für die im Abschnitt 2 dieses Dokumentes angegebenen Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 1517	siehe DIN EN ISO 1517
ISO 2114	siehe DIN EN ISO 2114
ISO 2811-1	siehe DIN EN ISO 2811-1
ISO 3681	siehe DIN EN ISO 3681
ISO 3961	siehe DIN EN ISO 3961
ISO 4630-1	siehe DIN EN ISO 4630-1
ISO 4630-2	siehe DIN EN ISO 4630-2
ISO 15528	siehe DIN EN ISO 15528

Änderungen

Gegenüber DIN 55930:1992-11, DIN 55932:1994-11, DIN 55933:1990-11 und DIN 55934:1992-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Anforderungen an Rohleinöl, Lackleinöl und Leinölfirnis sowie die Prüfverfahren wurden in einer Norm zusammengefasst;
- b) Änderungen für Rohleinöl (DIN 55930):
 - 1) die Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen Bestandteilen wurde durch die Bestimmung des Wassergehaltes ersetzt;
 - 2) die Bestimmung der Iodfarbzahl wurde durch die Bestimmung der Gardner-Farbzahl ersetzt und eine Anforderung an die Farbe nach dem Erhitzen wurde aufgenommen;
 - 3) die Bestimmung des Aschegehaltes, des Gehaltes an unverseifbaren Anteilen, die Prüfung auf Anwesenheit von Fischöl und die Bleichprüfung wurden gestrichen;
 - 4) der Phosphorsäure-Test (PAT-Zahl) wurde aufgenommen;
- c) Änderungen für Leinölfirnis (DIN 55932):
 - 1) an die Brechzahl wird keine Anforderung mehr gestellt;
 - 2) die Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen Bestandteilen wurde durch die Bestimmung des Wassergehaltes ersetzt;
 - 3) die Anforderung an die Gardner-Farbzahl ist zu vereinbaren;
 - 4) für die Trockenzeit wurde eine zweite Anforderung (15 h bei 25 °C bis 30 °C) ergänzt,
 - 5) die Anforderung an die Säurezahl wurde von max. 5 mg KOH/g in 8 mg KOH/g geändert;
 - 6) die Anforderung an die Verseifungszahl wurde von 185 mg KOH/g bis 200 mg KOH/g in 188 mg KOH/g bis 200 mg KOH/g geändert;
 - 7) die Bestimmung des Aschegehaltes, der Viskosität, des Gehaltes an unverseifbaren Bestandteilen, die Prüfungen auf Fischöl und auf Harzsäure wurden gestrichen,
 - 8) eine Anforderung an die Klarheitauf Bodensatz wurde aufgenommen;

d) Änderungen für Lackleinöl (DIN 55933):

- 1) es wird zwischen alkalisch-raffiniertem und saurer-raffiniertem Lackleinöl unterschieden;
- 2) die Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen Bestandteilen wurde durch die Bestimmung des Wassergehaltes ersetzt;
- 3) für die Bestimmung der Farbe (Gardner-Farbzahl) und der Säurezahl wird eine Anforderung vorgegeben (bisher zu vereinbaren);
- 4) die Bestimmung des Aschegehaltes, des Gehaltes an unverseifbaren Bestandteilen, die Prüfungen auf Anwesenheit von Harzsäure und auf Anwesenheit von Fischöl wurden gestrichen;

e) Änderungen bei den Prüfverfahren (DIN 55934):

- 1) die Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen Anteilen, Bestimmung der Asche, Bestimmung der Viskosität, Bestimmung der Farbzahl, die Bleichprüfung, die Bestimmung der Säurezahl¹⁾, Bestimmung der Verseifungszahl¹⁾, die Bestimmung des Gehaltes an unverseifbaren Bestandteilen, die Bestimmung der Iodzahl nach Wijs¹⁾, die Prüfung auf Fischöl, die Prüfung auf Harzsäure, die Polybromidprüfung, die Bestimmung des Gehaltes an Polyetherunlöslichem und die Bestimmung der Fettsäurezusammensetzung von pflanzlichen Ölen wurden gestrichen;
- 2) die Bestimmung der Klarheit, Bewertung des Break in alkalisch-raffiniertem Lackleinöl und die Bestimmung der Farbe nach dem Erhitzen wurden aufgenommen.

Frühere Ausgaben

DIN 55930: 1957-07, 1972-04, 1992-11

DIN 55932: 1957-07, 1971-04, 1994-11

DIN 55933: 1957-07, 1971-04, 1990-11

DIN 55934: 1957-09, 1971-01, 1980-01, 1992-11

1) Diese Abschnitte in DIN 55934:1992-11 enthielten lediglich einen Verweis auf die entsprechenden Prüfnormen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 1517, *Lacke und Anstrichstoffe — Prüfung auf Oberflächentrocknung — Glasperlen-Verfahren*

DIN EN ISO 2114, *Kunststoffe (Polyester) und Beschichtungsstoffe (Bindemittel) — Bestimmung der partiellen Säurezahl und der Gesamtsäurezahl*

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

DIN EN ISO 3681, *Bindemittel für Beschichtungsstoffe — Bestimmung der Verseifungszahl — Titrimetrisches Verfahren*

DIN EN ISO 3961, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung der Iodzahl*

DIN EN ISO 4630-1, *Klare Flüssigkeiten — Bestimmung der Farbe nach der Gardner-Farbskala — Teil 1: Visuelles Verfahren*

DIN EN ISO 4630-2, *Klare Flüssigkeiten — Bestimmung der Farbe nach der Gardner-Farbskala — Teil 2: Spektralphotometrisches Verfahren*

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

ICS 87.060.20

Deutsche Fassung

**Rohleinöl, Lackleinöl und Leinölfirnis für Beschichtungsstoffe —
Anforderungen und Prüfung
(ISO 150:2006)**

Raw, refined and boiled linseed oil for paints and
varnishes —
Specifications and methods of test
(ISO 150:2006)

Huiles de lin brutes, raffinées et cuites, pour peintures
et vernis —
Spécifications et méthodes d'essai
(ISO 150:2006)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. Januar 2007 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-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. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

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

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



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe	3
4 Anforderungen und ihre zulässigen Abweichungen	4
5 Probenahme	5
6 Dichte	5
7 Brechzahl	5
8 Klarheit	6
9 Phosphorsäure-Test (PAT-Zahl) (nur für Rohleinöl)	6
10 Trockenzeit (nur für Leinöl-Standöl)	10
11 Bewertung des Break in alkalisch-raffiniertem Lackleinöl	10
12 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Richtwerte für die Zusammensetzung der Fettsäuren von Rohleinöl	12

Vorwort

Der Text von ISO 150:2006 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 35 „Paints and varnishes“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 150:2007 durch das Technische Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 2007, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2007 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 150:2006 wurde vom CEN als EN ISO 150:2007 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt Anforderungen an Rohleinöl, Lackleinöl und Leinölfirnis für Beschichtungsstoffe sowie die entsprechenden Prüfverfahren fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 835-1, *Laboratory glassware — Graduated pipettes — Part 1: General requirements*

ISO 1517:1973, *Paints and varnishes — Surface-drying test — Ballotini method*

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

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

ISO 3681, *Binders for paints and varnishes — Determination of saponification value — Titrimetric method*

ISO 3961, *Animal and vegetable fats and oils — Determination of iodine value*

ISO 4630-1, *Clear liquids — Estimation of the colour by the Gardner colour scale — Part 1: Visual method*

ISO 4630-2, *Clear liquids — Estimation of the colour by the Gardner colour scale — Part 2: Spectrophotometric method*

ISO 4793, *Laboratory sintered (fritted) filters — Porosity grading, classification and designation*

ISO 5661, *Petroleum products — Hydrocarbon liquids — Determination of refractive index*

ISO 8534, *Animal and vegetable fats and oils — Determination of water content — Karl Fischer method*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Rohleinöl

ausschließlich aus den reifen Samen der Flachspflanze (*Linum usitatissimum L.*) gewonnenes Öl

3.2

sauer-raffiniertes Lackleinöl

durch Raffination von Rohleinöl mit Säure gewonnenes Öl

3.3

alkalisch-raffiniertes Lackleinöl

durch Raffination von Rohleinöl mit Natriumhydroxid oder anderen alkalischen Substanzen gewonnenes Öl

3.4 Leinölfirnis
 durch Zugeben von Trockenstoffen in Rohleinöl oder Lackleinöl und Erhitzen entweder ohne oder mit Durchleiten von Sauerstoff gewonnenes Öl

3.5 Break
 Abtrennung einer (unlöslichen) schleimigen Substanz, die beim Erhitzen bestimmter, nicht raffinierter, pflanzlicher Öle auftritt

ANMERKUNG Wenn die Trennung auftritt, wird das Öl als „Break“ bezeichnet. Auch die unlöslichen Anteile werden als „Break“ bezeichnet.

4 Anforderungen und ihre zulässigen Abweichungen

Rohleinöl, Lackleinöl und Leinölfirnis müssen den in Tabelle 1 festgelegten Anforderungen entsprechen.

Tabelle 1 — Anforderungen und ihre zulässigen Abweichungen

Eigenschaft	Anforderung				Prüfverfahren
	Rohleinöl	alkalisch-raffiniertes Lackleinöl	sauer-raffiniertes Lackleinöl	Leinölfirnis	
Dichte ^a ρ ₂₃ , g/ml	0,924 bis 0,931	0,924 bis 0,931	0,924 bis 0,931	0,926 bis 0,948	Abschnitt 6 und ISO 2811-1
Farbe ^b max. (Gardner)	13	4	6	Zwischen Abnehmer und Verkäufer zu vereinbaren	ISO 4630-1 ISO 4630-2
Farbe nach dem Erhitzen ^b max. (Gardner)	—	— ^c	—	—	—
Klarheit	Kein Bodensatz ^d bei 65 °C	Leichte Trübung zugelassen. Bei kurzzeitigem Erwärmen auf 45 °C muss die Trübung verschwinden und das Öl nach Abkühlen auf 20 °C klar bleiben.		—	Abschnitt 8
Brechzahl ^a n _D ²³	1,478 0 bis 1,483 0	1,478 0 bis 1,483 0	1,478 0 bis 1,483 0	—	Abschnitt 7 und ISO 5661
Wasser, max., % (Massenanteil)	0,20	0,10	0,10	0,30	ISO 8534
Säurezahl, max., mg KOH/g	4	1 ^f	9 ^e	8 ^e	ISO 2114
Verseifungszahl, mg KOH/g	188 bis 195	188 bis 195	188 bis 195	188 bis 200	ISO 3681 ^g
Iodzahl, min. (Verfahren nach Wijs) ^h	175	175	175	—	ISO 3961 ^g
Phosphorsäure-Test (PAT-Zahl), max., % (Massenanteil)	0,25	—	—	—	Abschnitt 9

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Eigenschaft	Anforderung				Prüfverfahren
	Rohleinöl	alkalisch- raffiniertes Lackleinöl	sauer- raffiniertes Lackleinöl	Leinölfirnis	
Trockenzeit, max.	—	—	—	24 h bei 15 °C bis 20 °C oder 15 h bei 25 °C bis 30 °C	ISO 1517 und Abschnitt 10
Break	—	nicht sichtbar	—	—	Abschnitt 11

^a 23 °C ist die Prüftemperatur, sofern nichts anderes vereinbart wurde: zum Beispiel 20 °C, 25 °C, oder 27 °C für tropische Länder.

^b Bei Vereinbarung zwischen den Vertragspartnern kann die Gardner-Farbzahl durch eine Farbangabe nach dem Lovibond-Farbsystem ersetzt werden, wobei die folgenden Grenzwerte empfohlen werden:
Rohleinöl 70Y 6R (25 mm Zelle)
alkalisch-raffiniertes Lackleinöl 15Y 1,5R (25 mm Zelle)
alkalisch-raffiniertes Lackleinöl, erhitzt 20Y 2,0R (133 mm Zelle)
sauer-raffiniertes Lackleinöl 20Y 1,5R (25 mm Zelle)

^c Falls die Säurezahl neutraler Öle durch Zugabe von Fettsäuren erhöht wurde, ist die Anforderung an die Farbzahl nach dem Erhitzen zwischen den Vertragspartnern zu vereinbaren, da die Grenzen für neutrale Öle nicht unbedingt anwendbar sind.

^d Schärfere Anforderungen können zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden.

^e Oder zwischen den Vertragspartnern zu vereinbaren.

^f Die Säurezahl von alkalisch-raffiniertem Lackleinöl kann für bestimmte Anwendungsgebiete auf andere Grenzwerte eingestellt sein. In diesen Fällen muss der Wert zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden.

^g Die Iodzahl und die Verseifungszahl können auch aus der gaschromatographisch bestimmten Zusammensetzung der Fettsäuren erhalten werden.

^h Rohleinöl oder Lackleinöl mit einer Iodzahl über 190 sollte als „Leinöl mit hoher Iodzahl“ bezeichnet werden. Das Verfahren nach Hanus, das teilweise für die Prüfung verwendet wird, gibt andere Ergebnisse als das Verfahren nach Wijs; wenn seine Anwendung zwischen den Vertragspartnern vereinbart wurde, ist eine vorherige Vereinbarung über die Anforderung erforderlich.

5 Probenahme

Aus dem zu prüfenden Öl eine repräsentative Probe nehmen, wie in ISO 15528 beschrieben.

6 Dichte

Die Dichte bei 23 °C oder einer anderen vereinbarten Temperatur nach dem in ISO 2811-1 festgelegten Verfahren bestimmen. (Siehe Fußnote „a“ zu Tabelle 1.)

7 Brechzahl

Die Brechzahl bei 23 °C oder einer anderen vereinbarten Temperatur nach dem in ISO 5661 festgelegten Verfahren bestimmen. (Siehe Fußnote „a“ zu Tabelle 1.)

8 Klarheit

8.1 Rohleinöl

Eine gut gemischte Probe auf 65 °C erwärmen und sofort auf Anwesenheit von unlöslichen Verunreinigungen prüfen.

8.2 Alkalisch-raffiniertes und sauer-raffiniertes Lackleinöl und Leinölfirnis

Eine gut gemischte Probe 24 h bei 15 °C bis 20 °C aufbewahren und prüfen, ob Bodensatz und andere unlösliche Anteile vorhanden sind.

9 Phosphorsäure-Test (PAT-Zahl) (nur für Rohleinöl)

9.1 Kurzbeschreibung

Eine Probe mit 85%iger (Massenanteil) Ortho-Phosphorsäure gründlich mischen. Den ausgefallenen Stoff durch Zentrifugieren abtrennen und mit Aceton ölfrei waschen, trocknen und wiegen. Die PAT-Zahl als Massenanteil in Prozent angeben.

9.2 Reagenzien

9.2.1 Ortho-Phosphorsäure, 85 % (Massenanteil), $\rho = 1,7$ g/ml.

9.2.1 Aceton

9.2.3 Filtrierhilfsmittel, des Diatomeen Types.

9.3 Geräte

Übliches Laborgerät, zusammen mit

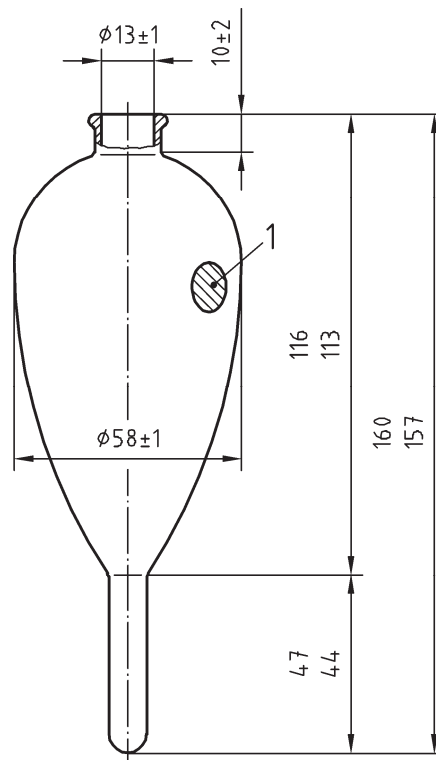
9.3.1 Glasfiltertiegel der Porositätsstufe P 16 (Porendurchmesser 10 µm bis 16 µm nach ISO 4793) und 30 ml Inhalt.

Die Tiegel müssen regelmäßig mit einer Reinigungslösung gereinigt werden. Es ist wünschenswert, das Filtrierverhalten jedes Tiegels mit reinem Aceton zu prüfen und diejenigen Tiegel zu verwerfen, die nicht so gereinigt werden können, damit die Durchflussmenge befriedigend ist.

9.3.2 Mischgerät, bestehend aus einer waagerechten gut gelagerten Welle und ausgestattet mit Klammern oder einer Klemmvorrichtung zum Halten der birnenförmigen Zentrifugengläser.

Die Gläser werden so gehalten, dass beim Rotieren der Welle die Gläser über Kopf gedreht werden; dadurch fließt der flüssige Inhalt der Gläser von einem Ende zum anderen und wird dadurch gemischt. Die Welle wird mechanisch durch irgendeine Vorrichtung gedreht, die das Einstellen einer festen Drehzahl von (16 ± 2) U/min ermöglicht.

9.3.3 Zentrifugengläser, Inhalt 100 ml, birnenförmig wie im Bild 1 dargestellt, mit einem Stopfen.

**Legende**

1 Sandgestrahtes Feld (für Beschriftungen)

Bild 1 — Birnenförmiges Zentrifugenglas**9.3.4 Zentrifuge**, die zwei oder mehr Gläser aufnehmen kann.

Es sollte möglich sein, die Drehzahl der Zentrifuge so einzustellen, dass sich an den Spitzen der Gläser eine relative Zentrifugalbeschleunigung von $500g$ bis $800g$ ergibt (siehe Tabelle 2), wobei g die Erdbeschleunigung ist.

Tabelle 2 — Drehzahlen, die für Zentrifugen mit verschiedenen Durchmessern des Drehkreises anwendbar sind¹⁾

Durchmesser des Drehkreises mm	Drehzahl für eine relative Zentrifugalbeschleunigung von $500g$ U/min	Drehzahl für eine relative Zentrifugalbeschleunigung von $800g$ U/min
300	1 727	2 184
320	1 672	2 115
340	1 622	2 052
360	1 576	1 994
380	1 534	1 941
400	1 496	1 892
420	1 460	1 846

Tabelle 2 (fortgesetzt)

Durchmesser des Drehkreises mm	Drehzahl für eine relative Zentrifugalbeschleunigung von 500g U/min	Drehzahl für eine relative Zentrifugalbeschleunigung von 800g U/min
440	1 426	1 804
460	1 395	1 764
480	1 365	1 727
500	1 338	1 692

1) Die Drehzahl wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$n = 1346 \sqrt{\frac{c}{d}}$$

Dabei ist

- c* die relative Zentrifugalbeschleunigung in Vielfachen der Erdbeschleunigung, *g*,
- d* der Durchmesser des Drehkreises, in Millimeter;
- n* die Drehzahl, in Umdrehungen pro Minute.

9.3.5 Pipette, Nennvolumen 1 ml, eingeteilt in 0,01 ml, entsprechend den Anforderungen in ISO 835-1.

9.3.6 Exsikkator, der ein wirksames Trockenmittel enthält.

Wasserfreies Calciumsulfat, wasserfreies Calciumchlorid und Silicagel sind ausreichend.

9.4 Vorbereitung der Probe

Die Probe auf Raumtemperatur [(23 ± 2) °C] temperieren und gründlich mischen, um sicherzustellen, dass der gesamte Bodensatz vollständig aufgewibelt ist. Wenn der flüchtige Anteil der Probe größer als 0,25 % (Massenanteil) ist, die Probe durch Erwärmen auf 100 °C unter Vakuum oder durch 30minütiges Durchleiten von trockenem Kohlenstoffdioxid oder Stickstoff bei (100 ± 5) °C trocknen. Die Probe auf (23 ± 2) °C abkühlen.

9.5 Durchführung

9.5.1 In ein Zentrifugenglas (9.3.3) (50 ± 0,01) g der vorbereiteten Probe einwiegen und mit der Pipette (9.3.5) (0,5 ± 0,05) ml der Ortho-Phosphorsäure (9.2.1) zugeben.

Das Glas verschließen und so neigen, dass die Säure aus der Spitze heraus in das Öl läuft. Das Glas kräftig schütteln. Das Neigen und Schütteln zweimal wiederholen.

9.5.2 Das Glas in das Mischgerät (9.3.2) stellen und 5 min bei einer solchen Drehzahl mischen, dass die gesamte Säure im Öl dispergiert ist und sich die Spitze des Glases bei jeder Drehung leert (eine Drehzahl von 16 U/min ist ausreichend). Die Drehzahl des Mischgerätes so einstellen, dass innig ohne Abtrennung gemischt wird. Mit dieser Einstellung 25 min mischen.

Das Glas in die Zentrifuge (9.3.4) stellen und mit einer relativen Zentrifugalbeschleunigung von mindestens 500g an der Spitze 1 h zentrifugieren oder bis beim Drehen des Glases der Niederschlag als feste Masse an seiner Stelle liegen bleibt. Die Temperatur sollte bei etwa (23 ± 2) °C bleiben. Dies kann durch Einleiten von Luft in die Zentrifuge erreicht werden.

9.5.3 Das überstehende Öl soweit wie möglich in ein sauberes Zentrifugenglas dekantieren oder abhebern und gründlich abtropfen lassen. Wenn der Niederschlag flüssig ist, muss vorsichtig gearbeitet werden, um das Öl abzuhebern, ohne die Schicht zu stören. In diesem Fall ist es vorteilhaft, einen abgeänderten Abheber zu verwenden.

Zu dem Niederschlag im ersten Glas 25 ml Aceton (9.2.2) geben und mischen, bis alles gummiartige Material dispergiert ist. Falls erforderlich, kann zum Ablösen des sich in der Spitze des Glases befindlichen Materials ein Draht verwendet werden. Danach mit Aceton auf 100 ml auffüllen und das Glas schütteln.

9.5.4 Die Glasfiltertiegel (9.3.1) durch Zugabe von 0,3 g bis 0,6 g des Filtrierhilfsmittels (9.2.3) in die leeren Tiegel vorbereiten. Mit Erfahrung kann diese Menge mit der Spitze eines Spatels abgemessen werden. Das Filtrierhilfsmittel mit etwa 15 ml Aceton aufschlänmen. Das Aceton absaugen. Die Tiegel in einem Wärmeschrank 1 h bei $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ trocknen. Nach einstündigem Abkühlen in dem Exsikkator (9.3.6) auf 0,1 mg wiegen. Prüfen, ob die Masse konstant ist. Die vorbereiteten Tiegel bis zu ihrem Gebrauch im Exsikkator aufbewahren.

9.5.5 Den in Aceton dispergierten Rückstand durch den vorbereiteten Glasfiltertiegel filtrieren. Ein geeignetes Vakuum anwenden und immer etwas Aceton im Tiegel belassen.

Das Zentrifugenglas und den Rückstand im Tiegel viermal mit 15 ml Aceton unter Verwendung einer Waschflasche gründlich waschen.

Wegen der Tendenz des Öles, an der Wand des Tiegels hochzukriechen, muss schnell gearbeitet werden.

9.5.6 Nach dem Waschen weiter absaugen, bis alles Aceton aus dem Tiegel entfernt ist, bei $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$, trocknen, in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen und auf 0,1 mg wiegen.

Die gesamte Durchführung mit dem überstehenden Öl, das nach dem Zentrifugieren (siehe 9.5.3) erhalten wurde, in der gleichen Art wie für das ursprüngliche Öl wiederholen. Eventuellen zusätzlichen Niederschlag wie vorher wiegen.

9.6 Auswertung

9.6.1 Berechnung

Die PAT-Zahl, in Prozent (Massenanteil), ist gegeben durch die Formel

$$2 (m_1 + m_2)$$

Dabei ist

m_1 die Masse, in Gramm, des Niederschlages von 50 g des ursprünglichen Öles bei der ersten Phosphorsäurebehandlung;

m_2 die Masse, in Gramm, des Niederschlages vom überstehenden Öl bei der zweiten Phosphorsäurebehandlung.

Das Ergebnis auf zwei Dezimalstellen angeben.

9.6.2 Wiederholpräzision

Der Wert, unterhalb dessen die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die an identischem Material, von demselben Prüfer, in demselben Laboratorium, mit denselben Geräten innerhalb einer kurzen Zeitspanne unter den gleichen Prüfbedingungen erhalten werden, mit 95%iger Wahrscheinlichkeit erwartet werden kann, ist 0,03 % (Massenanteil).

10 Trockenzeit (nur für Leinöl-Standöl)

Die Trockenzeit nach dem in ISO 1517 festgelegten Verfahren bestimmen, wobei folgende für trocknende Öle geeigneten Änderungen berücksichtigt werden:

- a) Substrat (siehe 6.1 in ISO 1517:1973)

Als Probenplatte eine polierte Glasplatte verwenden, die gereinigt wurde, um ein Kriechen des zu prüfenden Öles zu vermeiden. Das Reinigen kann erfolgen durch gründliches Waschen der Platte mit einem geeigneten Lösemittel wie Xylol und anschließendes vollständiges Entfernen des Lösemittels oder durch gründliches Waschen mit einer wässrigen Lösung eines nicht-ionischen Reinigungsmittels und anschließendem gründlichen Abspülen mit destilliertem Wasser.

- b) Beschichten der Platte (siehe 6.2 in ISO 1517:1973)

Die Probeplatte durch gleichmäßiges Verteilen des Öles über die gesamte Oberfläche mit einem Pinsel oder Finger beschichten. Überschüssiges Öl fließt ab, wenn die Platte senkrecht gestellt wird.

11 Bewertung des Break in alkalisch-raffiniertem Lackleinöl

11.1 Allgemeines

Dieses Verfahren beschreibt eine Prüfung, um Anwesenheit oder Abwesenheit von Break in alkalisch-raffiniertem Lackleinöl zu bewerten. Es ist anwendbar auf raffinierte Öle, die nicht wesentlich polymerisiert, oxidiert oder chemisch modifiziert sind.

11.2 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit Salzsäure behandelt, auf 290 °C erhitzt, abkühlen lassen und mit durchscheinendem Licht auf unlösliche Anteile beurteilt.

11.3 Reagenzien

11.3.1 Salzsäure, $\rho \approx 1,19$ g/ml.

11.4 Geräte

11.4.1 Becher, 150 ml Inhalt, niedrige Form.

11.4.2 Thermometer, mit einem Messbereich von etwa -6 °C bis +400 °C, mit einer Unterteilung von 2 °C und 25 mm Eintauchtiefe.

11.4.3 Heizvorrichtung, mit Gas oder elektrisch, geeignet um die Probe in 3 min bis 3,5 min auf 290 °C zu erhitzen.

11.5 Durchführung

65 ml bis 75 ml der gut gemischten Probe in den Becher (11.4.1) gießen. 6 bis 8 Tropfen Salzsäure (11.3.1) zugeben und mit dem Thermometer (11.4.2) gründlich rühren. Das Thermometer so aufhängen, dass das Thermometergefäß vollständig eingetaucht ist aber nicht den Boden des Bechers berührt. Mit der Heizvorrichtung (11.4.3) so heizen, dass die Probe innerhalb von 3 min bis 3,5 min (290 ± 3) °C erreicht.

ANMERKUNG Die Mischung hat die Neigung zu stoßen. Es ist deshalb ratsam, den Becher mit einer Klammer fest auf der Heizvorrichtung zu befestigen, bis die Temperatur 160 °C erreicht hat.

Nachdem $(290 \pm 3) ^\circ\text{C}$ erreicht sind, den Becher von der Heizvorrichtung entfernen, abkühlen lassen und gegen durchscheinendes Licht beurteilen.

11.6 Auswertung

Die Beobachtung des Breaks angeben entweder als:

- a) nicht sichtbar: das Öl ist bei der festgelegten Betrachtung brillant oder schwach trüb;
- b) wenig: das Öl ist ziemlich trüb, weil es nicht vollständig raffiniert ist; oder
- c) Ausfällungen: das Öl bildet eine Suspension von unlöslichen Anteilen ("Break"), die beim Stehen koagulieren können

12 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

- a) einen Hinweis auf diese Internationale Norm (ISO 150);
- b) Art und Kennzeichnung des geprüften Produktes;
- c) alle vereinbarten oder sonstigen Abweichungen von dem festgelegten Verfahren;
- d) die Prüfergebnisse und ob das Produkt den entsprechenden Anforderungen entspricht oder nicht;
- e) das Prüfdatum.

Anhang A (informativ)

Richtwerte für die Zusammensetzung der Fettsäuren von Rohleinöl

In Tabelle A.1 werden für die Zusammensetzung der Fettsäuren von Rohleinöl angegeben, die durch gaschromatographische Analyse ermittelt wurden.

Tabelle A.1 — Richtwerte für die Zusammensetzung der Fettsäuren von Rohleinöl

Fettsäure		Anteil % (Massenanteil)
Myristinsäure	C 14 : 0	0 bis 0,4
Palmitinsäure	C 16 : 0	4,5 bis 7,1
Palmitoleinsäure	C 16 : 1	0,1 bis 0,3
Stearinsäure	C 18 : 0	2,3 bis 5,8
Ölsäure	C 18 : 1 cis	17 bis 23,5
Elaidinsäure	C 18 : 1 trans	0,6 bis 1
Linolsäure	C 18 : 2	13,8 bis 17,5
Linolensäure	C 18 : 3	50 bis 60
Arachinsäure	C 20 : 0	0,2 bis 0,6