

	Kunststoffe Reaktionsharze, Phenolharze Prüfverfahren	DIN 16 916 Teil 2
--	---	--

Plastics; reaction resins, phenolic resins; test methods

Ersatz für Ausgabe 06.81

Maße in mm

Inhalt

	Seite		Seite
1 Anwendungsbereich und Zweck	3	5.6.4.3 Reagenzien	6
2 Probenahme	3	5.6.4.4 Durchführung	6
3 Vorbehandlung	3	5.6.4.4.1 Aufschluß	6
4 Prüfklima	3	5.6.4.4.2 Destillation	6
5 Prüfverfahren	3	5.6.4.4.3 Auswertung	6
5.1 Schmelzbereich nach dem Kapillar-Verfahren	3	5.6.4.5 Ergebnisangabe	6
5.2 Fließstrecke von pulverförmigen hitzehärtbaren Phenolharzen	3	5.6.4.6 Präzision (Prüffehler)	6
5.2.1 Bezeichnung	3	5.7 Härtingscharakteristik von Phenolharzen	6
5.2.2 Einzelprobe	4	5.7.1 Bestimmung der B-Zeit auf der B-Zeit-Platte	6
5.2.3 Anzahl der Bestimmungen	4	5.7.1.1 Verfahren C1	6
5.2.4 Geräte	4	5.7.1.1.1 Bezeichnung	6
5.2.5 Durchführung	4	5.7.1.1.2 Einzelprobe	6
5.2.6 Auswertung	4	5.7.1.1.3 Analysenprobe	6
5.2.7 Ergebnisangabe	4	5.7.1.1.4 Anzahl der Bestimmungen	6
5.2.8 Präzision (Prüffehler)	4	5.7.1.1.5 Geräte	6
5.3 Stampfvolumen und Stampfdichte von gemahlenem Phenolharz	4	5.7.1.1.6 Durchführung	7
5.4 Schüttdichte von gemahlenem Phenolharz	4	5.7.1.1.7 Ergebnisangabe	7
5.5 Kornverteilung von pulverförmigem Phenolharz	5	5.7.1.1.8 Präzision (Prüffehler)	7
5.6 Gehalt an Hexamethylentetramin in pulverförmigem Phenolharz	5	5.7.1.2 Verfahren C2	7
5.6.1 Einzelprobe	5	5.7.1.2.1 Bezeichnung	7
5.6.2 Anzahl der Bestimmungen	5	5.7.1.2.2 Einzelprobe	7
5.6.3 Bestimmung des Hexamethylentetramins durch direkte Titration in acetonischer Lösung mit Perchlorsäure mit einer Stoffmengenkonzentration 0,1 mol/l	5	5.7.1.2.3 Analysenprobe	7
5.6.3.1 Bezeichnung	5	5.7.1.2.4 Anzahl der Bestimmungen	7
5.6.3.2 Geräte	5	5.7.1.2.5 Geräte	7
5.6.3.3 Reagenzien	5	5.7.1.2.6 Durchführung	7
5.6.3.4 Durchführung	5	5.7.1.2.7 Ergebnisangabe	7
5.6.3.4.1 Herstellung und Einstellung der acetonischen Perchlorsäure-Lösung	5	5.7.1.2.8 Präzision (Prüffehler)	7
5.6.3.4.2 Ausführung der Titration	5	5.7.2 Bestimmung der Gelierzeit	7
5.6.3.4.3 Auswertung	5	5.7.2.1 Bezeichnung	7
5.6.3.5 Ergebnisangabe	6	5.7.2.2 Einzelprobe	8
5.6.3.6 Präzision (Prüffehler)	6	5.7.2.3 Anzahl der Bestimmungen	8
5.6.4 Bestimmung des Hexamethylentetramins über eine Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl	6	5.7.2.4 Geräte	8
5.6.4.1 Bezeichnung	6	5.7.2.5 Durchführung	8
5.6.4.2 Geräte	6	5.7.2.6 Ergebnisangabe	9
		5.7.2.7 Präzision (Prüffehler)	9
		5.8 Viskosität von flüssigen Phenolharzen und Phenolharz-Lösungen	9
		5.8.1 Durchführung	9
		5.8.2 Ergebnisangabe	9
		5.8.3 Präzision (Prüffehler)	9
		5.9 Dichte von flüssigen Phenolharzen und Phenolharz-Lösungen	9

Fortsetzung Seite 2 bis 19

Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN



Documents

Document Sharing Hub

	Seite		Seite
5.10 pH-Wert von Phenolharzen	9	5.14.1.3 Analysenprobe	12
5.10.1 Bezeichnung	9	5.14.1.4 Anzahl der Bestimmungen	12
5.10.2 Einzelprobe	9	5.14.1.5 Geräte	12
5.10.3 Anzahl der Messungen	9	5.14.1.6 Reagenzien	12
5.10.4 Geräte	9	5.14.1.7 Durchführung	12
5.10.5 Reagenzien	9	5.14.1.8 Auswertung	13
5.10.6 Durchführung	9	5.14.1.9 Ergebnisangabe	13
5.10.7 Reinigung der Elektroden	9	5.14.2 Bestimmung des Wassergehaltes von festen (pulverförmigen) und flüssigen Phenolharzen nach dem Karl-Fischer-Verfahren	13
5.10.8 Ergebnisangabe	9	5.14.2.1 Ergebnisangabe	13
5.10.9 Präzision (Prüffehler)	10	5.14.2.2 Präzision (Prüffehler)	13
5.11 Säurereaktivität von Phenolresolen	10	5.15 Gehalt an freiem Formaldehyd in Phenolharzen	13
5.11.1 Bezeichnung	10	5.15.1 Einzelprobe	13
5.11.2 Einzelprobe	10	5.15.2 Anzahl der Bestimmungen	13
5.11.3 Anzahl der Bestimmungen	10	5.15.3 Geräte	13
5.11.4 Geräte	10	5.15.4 Reagenzien	13
5.11.5 Reagenzien	10	5.15.5 Durchführung	13
5.11.6 Durchführung	10	5.15.5.1 Vorversuch	13
5.11.7 Auswertung	10	5.15.5.1.1 Vorversuch mit Potentiograph	13
5.11.8 Ergebnisangabe	10	5.15.5.1.2 Vorversuch mit pH-Meßgerät	13
5.11.9 Präzision (Prüffehler)	10	5.15.5.2 Hauptversuch	13
5.12 Alkalität alkalisch kondensierter Phenolharze	10	5.15.6 Auswertung	14
5.12.1 Bezeichnung	11	5.15.7 Ergebnisangabe	14
5.12.2 Einzelprobe	11	5.15.8 Präzision (Prüffehler)	14
5.12.3 Anzahl der Bestimmungen	11	5.16 Gehalt an freien Phenolen in Phenolharzen	14
5.12.4 Geräte	11	5.16.1 Bestimmung freier wasserdampf-flüchtiger Phenole in Phenolharzen	14
5.12.5 Reagenzien	11	5.16.1.1 Bezeichnung	14
5.12.6 Durchführung	11	5.16.1.2 Einzelprobe	14
5.12.7 Auswertung	11	5.16.1.3 Anzahl der Bestimmungen	14
5.12.8 Ergebnisangabe	11	5.16.1.4 Geräte	14
5.13 Gehalt an nichtflüchtigen Anteilen von Phenol- harzen bei erhöhter Temperatur	11	5.16.1.5 Reagenzien	14
5.13.1 Verfahren H1: Nichtflüchtige Anteile bei 135 °C	11	5.16.1.6 Durchführung	14
5.13.1.1 Bezeichnung	11	5.16.1.6.1 Wasserdampfdestillation	14
5.13.1.2 Einzelprobe	11	5.16.1.6.2 Bestimmung des freien Phenols im Destillat	14
5.13.1.3 Vorbehandlung der Analysenproben	11	5.16.1.7 Auswertung	15
5.13.1.4 Anzahl der Bestimmungen	11	5.16.1.8 Ergebnisangabe	15
5.13.1.5 Geräte	11	5.16.1.9 Präzision (Prüffehler)	15
5.13.1.6 Durchführung	11	5.16.2 Gaschromatographische Bestimmung freier Phenole in Phenolharzen	15
5.13.1.7 Auswertung	11	5.16.2.1 Bezeichnung	15
5.13.1.8 Ergebnisangabe	12	5.16.2.2 Einzelprobe	15
5.13.1.9 Präzision (Prüffehler)	12	5.16.2.3 Anzahl der Bestimmungen	15
5.13.2 Verfahren H2: Nichtflüchtige Anteile bei 150 °C	12	5.16.2.4 Geräte	15
5.13.2.1 Bezeichnung	12	5.16.2.5 Reagenzien	15
5.13.2.2 Einzelprobe und Probenaufbereitung	12	5.16.2.6 Durchführung	15
5.13.2.3 Anzahl der Bestimmungen	12	5.16.2.7 Berechnung	15
5.13.2.4 Geräte	12	5.16.2.8 Ergebnisanalyse	15
5.13.2.5 Reagenzien	12	5.16.2.9 Präzision (Prüffehler)	15
5.13.2.6 Durchführung	12	5.17 Wasserverdünnbarkeit von flüssigen Phenolharzen	16
5.13.2.7 Auswertung	12	5.17.1 Bezeichnung	16
5.13.2.8 Ergebnisangabe	12	5.17.2 Einzelprobe	16
5.13.2.9 Präzision (Prüffehler)	12	5.17.3 Anzahl der Bestimmungen	16
5.14 Wassergehalt von Phenolharzen	12	5.17.4 Geräte	16
5.14.1 Bestimmung des Wassergehaltes von festen (pulverförmigen) Phenolharzen nach dem Carbid-Verfahren	12	5.17.5 Reagenzien	16
5.14.1.1 Bezeichnung	12	5.17.6 Durchführung	16
5.14.1.2 Einzelprobe	12		

	Seite
5.17.6.1 Hohe Verdünnbarkeit ($1 : \chi; \chi > 1$)	16
5.17.6.2 Geringe Verdünnbarkeit ($1 : \chi; \chi \leq 1$)	16
5.17.7 Auswertung	16
5.17.8 Ergebnisangabe	16
5.17.9 Präzision (Prüffehler)	16
5.18 Spezifische Leitfähigkeit von Phenolharzen	16
5.18.1 Bezeichnung	16
5.18.2 Einzelprobe	16
5.18.3 Anzahl der Bestimmungen	16
5.18.4 Geräte	16

	Seite
5.18.5 Reagenzien	16
5.18.6 Durchführung	16
5.18.7 Auswertung	17
5.18.8 Ergebnisangabe	17
5.18.9 Präzision (Prüffehler)	17
6 Prüfbericht	17
Zitierte Normen und andere Unterlagen	17
Frühere Ausgaben	18
Änderungen	18
Erläuterungen	18

1 Anwendungsbereich und Zweck

1.1 Diese Norm dient der Bestimmung der Eigenschaften, welche für die Herstellung, Verarbeitung und Anwendung von Phenolharzen technisch bedeutungsvoll sind. Die Zusammenfassung der Prüfverfahren in einer Norm soll nicht dazu anregen, für ein Phenolharz möglichst viele Eigenschaften zu bestimmen, sondern aus der gebotenen Übersicht stets nur die für den jeweiligen Anwendungsfall tatsächlich geeigneten auszuwählen.

1.2 Die in dieser Norm aufgeführten Prüfverfahren gelten für Phenolharze auf dem Gebiet der Kunststoffe im Sinne von DIN 16 916 Teil 1.

1.3 Für Phenolharze zur Verwendung in Lacken, Anstrichstoffen und ähnlichen Beschichtungsstoffen gilt DIN 53 244.

2 Probenahme

Je nach Aggregatzustand ist die Probenahme nach DIN 53 242 Teil 2 für flüssige, nach DIN 53 242 Teil 3 für hochviskose und nach DIN 53 242 Teil 4 für feste und/oder stückige Phenolharze durchzuführen. Bei stückigem Material ist oft nur eine Einzelprobe möglich. Eine Vorzerkleinerung des Prüfgutes in Misch- und Verjüngungsvorgängen, sowie eine Aufbewahrung bergen die Gefahr einer Veränderung des Prüfgutes in sich. Es ist darauf zu achten, daß die entnommene Einzelprobe sämtliche Bestandteile des jeweils zu prüfenden Harzes enthält.

Ob eine Einzelprobe oder mehrere Einzelproben, gemischt zu einer Durchschnittsprobe, (siehe DIN V 53 242 Teil 1) für die Prüfung der Phenolharze zu ziehen sind, ist ebenso zwischen Lieferer (Hersteller) und Abnehmer (Verarbeiter) zu vereinbaren wie die Größe des Lieferloses, für das die Ergebnisse der einzelnen Prüfungen repräsentativ sind.

Aus den Einzel- oder Durchschnittsproben wird die Analysenprobe (vorgeschriebene Probenmasse für die Durchführung der jeweiligen Prüfung) entnommen.

3 Vorbehandlung

Falls nicht besondere Vorbehandlungsmaßnahmen vereinbart oder bei den Prüfverfahren vorgeschrieben werden, sind die Proben jeweils im Anlieferungszustand zu prüfen. Stückige Proben sind kurz vor der Prüfung abzukratzen, damit eine eventuell auf der Oberfläche entstandene oxidierte Schicht entfernt wird. Die dabei anfallenden Staubteile dürfen nicht Bestandteil der Prüfsubstanz sein.

4 Prüfklima

Die Prüfungen werden im Normalklima DIN 50 014 – 23/50-2 durchgeführt, falls einzelne Prüfverfahren nicht andere Klimabedingungen notwendig machen.

5 Prüfverfahren

5.1 Schmelzbereich nach dem Kapillar-Verfahren

Die Prüfung erfolgt nach DIN 53 181.

Anmerkung: Das Aufheizen der Proben erfolgt mit einem Temperaturanstieg von $(2 \pm 0,2) ^\circ\text{C}/\text{min}$ ohne Unterbrechung, da Aufheizverzögerungen kurz unterhalb des Schmelzbereiches Einfluß auf das Prüfergebn haben.

Der Feuchtigkeitsgehalt des Harzpulvers beeinflusst die Ergebnisse bei der Bestimmung des Schmelzbereiches. Obwohl der Schmelzbereich an Phenolharzen im Anlieferungszustand zu bestimmen ist, muß die Einwirkung des Feuchtigkeitsgehaltes eines Harzpulvers bei vergleichenden Prüfungen berücksichtigt werden. In diesen Fällen muß das Harzpulver bis zur Massenkonstanz, mindestens jedoch 48 h, über Diphosphorpentoxid getrocknet werden.

Bei Harztypen, welche während des Aufschmelzens zu härten beginnen (Resole, Novolak-Hexamethylentetramin-Mischungen), können sich unter Umständen größere Prüffehler ergeben. Bei bestimmten Harzen ist es auch möglich, daß der Sinterpunkt nicht erkennbar ist.

5.2 Fließstrecke von pulverförmigen hitzehärtbaren Phenolharzen

Das Verfahren dient zur Bestimmung der Fließstrecke von pulverförmigen hitzehärtbaren Harzen (Phenolresolen oder Phenolnovolak-Hexamethylentetramin-Gemischen). Die Fließstrecke wird einerseits von der Härtungsgeschwindigkeit, andererseits von der Schmelzviskosität beeinflusst. Hohe Härtungsgeschwindigkeit und hohe Schmelzviskosität vermindern die Fließstrecke.

Das Harz wird zu einer Tablette gepreßt und in einem Wärmeschrank bei $125 ^\circ\text{C}$ auf eine vorgeheizte Glasplatte in waagerechter Stellung gelegt. Nach 3 min wird die Glasplatte in einen Winkel von 60° gekippt und nach weiteren 30 min dem Wärmeschrank entnommen. Die Länge des entstandenen Fließgebildes ist in mm anzugeben.

Als Fließstrecke wird nach Definition die Länge des entstandenen Fließgebildes gemessen. Die Fließstrecke enthält den ursprünglichen Tablettendurchmesser. Bei einem Tablettendurchmesser von 12 mm bedeutet eine Fließstrecke von 12 mm unter den gewählten Versuchsbedingungen kein Fließen.

5.2.1 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach DIN 16 916 Teil 2 (02) zur Bestimmung der Fließstrecke (A):

Fließstrecke DIN 16 916 – 02 A



Documents

Document Sharing Hub

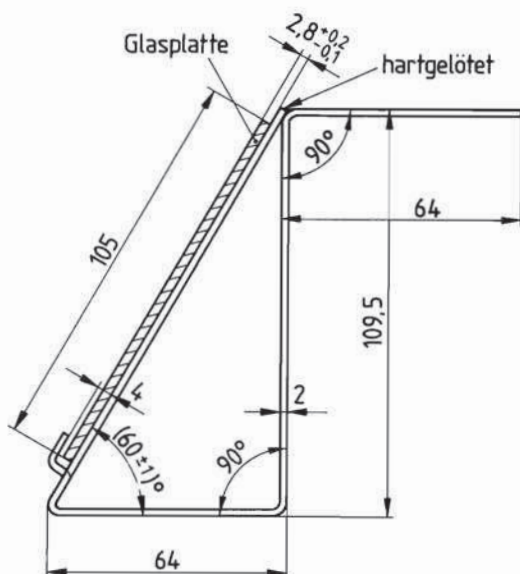


Bild 1. Kippvorrichtung mit Glasplatte

5.2.2 Einzelprobe

Aus dem zu prüfenden Harzpulver wird eine Einzelprobe von etwa 2 g entnommen.

5.2.3 Anzahl der Bestimmungen

Die Prüfung ist als Doppelbestimmung auszuführen.

5.2.4 Geräte

- Wärmeschrank mit natürlicher Durchlüftung nach DIN 50 011 Teil 1, Ausgabe Januar 1978, Abschnitt 2.2
- Kalibriertes Thermometer DIN 12 775 – E 0,5/0/200 (Skalenteilungswert 0,5 °C) oder gleichwertiges Meßgerät
- Stoppuhr entsprechend DIN 8235 Teil 1
- Mikrowaage, Begriff siehe DIN 8120 Teil 1, Skalenteilungswert 0,005 g
- Tablettiereinrichtung zur Tablettenherstellung. Die Tabletten haben einen Durchmesser von $(12,25 \pm 0,25)$ mm
- Kippvorrichtung, mit Glasplatte ($2,8 \pm 0,2$ mm dick (siehe Bild 1).

5.2.5 Durchführung

Mittels Tablettiereinrichtung wird aus dem Harzpulver eine Tablette von der Masse $(0,5 \pm 0,01)$ g hergestellt. Die Höhe der Tablette muß dann $(5 \pm 0,2)$ mm betragen. Es ist darauf zu achten, daß die Unterseite der Tablette (Kontaktfläche zur Glasplatte) vollkommen glatt ist (kein Grat, keine Riefen), da sich sonst im Fließkörper Luftblasen bilden, welche die Fließstrecke verlängern.

Die Tabletten sind entweder sofort zu verwenden oder luftdicht verschlossen zu lagern. Die für die Prüfung vorgesehene Kippvorrichtung mit Glasplatte wird 60 min bei (125 ± 1) °C im Wärmeschrank vorgewärmt. Die Quecksilberkugel des Thermometers oder ein anderer Thermofühler soll sich in gleicher Höhe mit der Glasplatte befinden. Nach der Vorwärmzeit wird die Tablette innerhalb einer Auflagezeit von maximal 5 s (einschließlich Öffnungszeit des Wärmeschrankes) auf die in waagerechter Stellung befindliche Glasplatte gelegt. Nach 3 min wird die Glasplatte durch Kippen in einen Winkel von (60 ± 1) ° gebracht (maximale Öffnungszeit des Wärmeschrankes 5 s). In dieser Stellung verbleibt sie weitere 30 min.

Anmerkung: Wird die Glasplatte ohne Öffnen des Wärmeschrankes durch eine besondere Mechanik von außen gekippt, so ist dies bei der Ergebnisangabe anzuführen.

Nach dieser Zeit wird die Kippvorrichtung mit Glasplatte aus dem Wärmeschrank genommen und die Gesamtlänge des entstandenen Fließgebildes als Fließstrecke in mm, bei Fließstrecken > 20 mm auf ganze mm, bei Fließstrecken ≤ 20 mm auf 0,5 mm gemessen. Wenn die beiden Einzelwerte um mehr als 5 % bzw. bei Fließstrecken unter 20 mm um mehr als 1 mm voneinander abweichen, ist eine neue Doppelbestimmung durchzuführen und der Mittelwert aus allen vier Bestimmungen zu errechnen.

Anmerkung: Mit steigendem Feuchtigkeitsgehalt der Probe kann sich eine Fließstreckenverlängerung oder ein Aufblähen des Fließgebildes einstellen. Im Schiedsfall muß die Probe bis zur Massekonstanz getrocknet werden. Zum Trocknen wird das Harzpulver im Exsikkator mindestens 48 h über Diphosphorpentoxid gelagert.

5.2.6 Auswertung

Aus der Anzahl der durchgeführten Prüfungen, mindestens jedoch aus der Doppelbestimmung, ist der arithmetische Mittelwert aus den gemessenen Einzelwerten zu berechnen.

5.2.7 Ergebnisangabe

- Kippvorgang (gegebenenfalls siehe erste Anmerkung unter Abschnitt 5.2.5)
- Fließstrecke in mm
- Einzelwerte
- Mittelwert auf 0,5 mm gerundet
- Prüfdatum

5.2.8 Präzision (Prüffehler)

Unter Präzision versteht man nach DIN 55 350 Teil 13, Ausgabe Juli 1987, Nr 2.1.2 das Ausmaß der Übereinstimmung zwischen Ergebnissen, wie sie bei wiederholter Anwendung eines festgelegten Ermittlungsverfahrens gewonnen werden.

Unter Wiederholpräzision versteht man nach DIN 55 350 Teil 13, Ausgabe Juli 1987, Nr 2.1.2.2 das Ausmaß der Übereinstimmung zwischen Ergebnissen, wie sie bei wiederholter Anwendung eines festgelegten Ermittlungsverfahrens am identischen Untersuchungsobjekt in kurzen Zeitabständen unter denselben Bedingungen gewonnen werden (derselbe Beobachter, dieselben Geräte und derselbe Untersuchungs-ort/dasselbe Labor).

Unter Vergleichpräzision versteht man nach DIN 55 350 Teil 13, Ausgabe Juli 1987, Nr 2.1.2.4 das Ausmaß der Übereinstimmung zwischen Ergebnissen, wie sie bei Anwendung eines festgelegten Ermittlungsverfahrens am identischen Untersuchungsobjekt zu verschiedenen Zeiten unter verschiedenen Bedingungen gewonnen werden (verschiedene Beobachter, verschiedene Geräte und verschiedene Untersuchungs-orte/Labors).

Fließstrecken > 20 mm: Wiederholpräzision 10 %
Vergleichpräzision 10 %

Fließstrecken ≤ 20 mm: Wiederholpräzision 1 mm
Vergleichpräzision 1 mm

5.3 Stampfvolumen und Stampfdichte von gemahlenem Phenolharz

Die Bestimmung des Stampfvolumens und der Stampfdichte erfolgt nach DIN ISO 787 Teil 11.

5.4 Schüttdichte von gemahlenem Phenolharz

Die Bestimmung der Schüttdichte wird nach DIN 53 466 durchgeführt.

Anmerkung: Durch Lagerung und Transport kann eine Veränderung (z. B. Vorverdichtung) des fein gemahlten Phenolharzes zustande kommen. Siebung durch ein

Schwingsieb mit 1 mm Maschenweite beseitigt den Einfluß dieser „Vorgeschichte“ auf das Prüfergebnis weitgehend. Dennoch können von der Vorgeschichte abhängige Meßwertabweichungen bis zu 5 % auftreten.

5.5 Kornverteilung von pulverförmigem Phenolharz

Die Bestimmung der Kornverteilung erfolgt nach DIN 53 734 mit dem Luftstrahl-Siebgerät unter Benutzung der Nebenreihe R 20/3 aus DIN 4188 Teil 1 (entspricht Hauptreihe ISO 565 – 1983).

Anmerkung: Als antistatisch wirkende Substanz sind der Phenolharz-Einwaage 0,5 % Aluminiumoxid einzumischen.

In Abweichung von DIN 53 734 erfolgt bei einer Einwaage von 20 g und Auswaage von 0,1 g die Berechnung auf 0,5 %.

Angaben über die Präzision (Prüffehler) können nicht gemacht werden, da Vergleichpräzision und Wiederholpräzision von der Harzart abhängig sind und die Analysensiebe Abweichungen von der Nennmaschenweite aufweisen (siehe DIN 4188 Teil 2).

5.6 Gehalt an Hexamethylentetramin in pulverförmigem Phenolharz

Der Gehalt an Hexamethylentetramin ist eine wichtige Größe für die Herstellung und Verarbeitung von pulverförmigen Phenolharzen.

Je nach Harztyp stehen die 2 folgenden Verfahren zur Auswahl:

- a) Bestimmung des Hexamethylentetramins durch direkte Titration in acetonischer Lösung mit Perchlorsäure mit einer Stoffmengenkonzentration von 0,1 mol/l.

Hierbei wird das Hexamethylentetramin in den Phenolharzen mit Perchlorsäure-Lösung in acetonischer Lösung durch acidimetrische Titration mit potentiometrischer Endpunktanzeige ermittelt. Der Potentialsprung beim Äquivalenzpunkt ist sehr gut ausgeprägt, so daß auf die sonst übliche Ermittlung des Wendepunktes bzw. des Maximums der pH-Wertänderung verzichtet werden kann.

- b) Bestimmung des Hexamethylentetramins über eine Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

Hierbei wird das pulverisierte Phenolharz in der Hitze mit Schwefelsäure und einem Reaktionsgemisch aufgeschlossen. Danach wird Natronlauge bis zur alkalischen Reaktion der Lösung zugegeben, das entstandene Ammoniak abdestilliert und durch Titration bestimmt.

Anwendbar ist

Verfahren a), wenn das Produkt keine weiteren basischen oder sauren Bestandteile enthält, die bei der Titration stören können.

Verfahren b), wenn neben Hexamethylentetramin keine stickstoffhaltigen Komponenten vorhanden sind.

5.6.1 Einzelprobe

Aus dem zu prüfenden Phenolharz sind mindestens 5 g für jedes Bestimmungsverfahren zu entnehmen.

5.6.2 Anzahl der Bestimmungen

Durchgeführt wird eine Doppelbestimmung. Sollen weitere Bestimmungen durchgeführt werden, ist dies zu vereinbaren.

5.6.3 Bestimmung des Hexamethylentetramins durch direkte Titration in acetonischer Lösung mit Perchlorsäure mit einer Stoffmengenkonzentration 0,1 mol/l

5.6.3.1 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach DIN 16 916 Teil 2 (02) zur Bestimmung des Hexamethylentetramin-Gehaltes mit Perchlorsäure (B1):

Hexamin-Gehalt DIN 16 916 – 02 – B1

5.6.3.2 Geräte

- Magnetrührer
- Rührmagnete mit Polytetrafluorethylen (PTFE)-Überzug Länge 20 bis 30 mm
- Automatische Bürette, Nennvolumen mindestens 15 ml, Skalenteilungswert 0,1 ml, mit Küken aus PTFE
- Bechergläser z. B. nach DIN 12 331, Nenninhalt 100 ml
- Meßkolben z. B. nach DIN 12 664 Teil 1, Fehlergrenzen Klasse A, Nennvolumen 1000 ml
- Mikrowaage mit Skalenteilungswert 0,001 g
- Mikrowaage mit Skalenteilungswert 0,0001 g
- Spritzflasche für Aceton
- pH-Meßgerät

5.6.3.3 Reagenzien

- Hexamethylentetramin zur Analyse, im Exsikkator getrocknet
- Perchlorsäure zur Analyse, Volumengehalt etwa 70 %
- Aceton zur Analyse

5.6.3.4 Durchführung

5.6.3.4.1 Herstellung und Einstellung der acetonischen Perchlorsäure-Lösung

8 ml der Perchlorsäure nach Abschnitt 5.6.3.3 werden auf 1 Liter mit Aceton im 1000-ml-Meßkolben verdünnt. Ein Nachdunkeln der Lösung hat keinen Einfluß auf den Titer.

Einstellung des Titers mit Hexamethylentetramin zur Analyse: 150 bis 170 mg Hexamethylentetramin (auf $\pm 0,1$ mg gewogen) werden in ein 100-ml-Becherglas eingewogen, mit 30 bis 40 ml Aceton versetzt und wie im Abschnitt 5.6.3.4.2 beschrieben titriert.

Dann gilt:

$$\text{Titer} = \frac{m}{a}$$

Titer Hexamethylentetramin

Hierin bedeuten:

m Einwaage Hexamethylentetramin in mg

a ml acetonische Perchlorsäure-Lösung

5.6.3.4.2 Ausführung der Titration

Eingewogen wird das 100fache an Phenolharz, auf 1 mg, des unter Abschnitt 5.6.3.4.1 ermittelten Titers in ein 100-ml-Becherglas. Anschließend werden 30 bis 40 ml Aceton zugeetzt, das 100-ml-Becherglas auf den Magnetrührer gestellt, ein Magnetrührstäbchen hineingegeben, die Glaselektrode eingesetzt und der Rührer sowie das pH-Meßgerät eingeschaltet. Nachdem das Harz gelöst ist, läßt man langsam die Perchlorsäure-Lösung zutropfen, bis der pH-Wert sprunghaft unter Null sinkt.

Zu bemerken ist, daß sich das Harz in Aceton wesentlich rascher auflöst als das Hexamethylentetramin. Der pH-Wert steigt meist noch einmal über Null an, weil noch Reste des Hexamethylentetramins in Lösung gehen. Es muß so lange nachtitriert werden, bis der pH-Wert gerade unter Null konstant bleibt.

5.6.3.4.3 Auswertung

Massenanteil an Hexamethylentetramin $w(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4)$ in % $\triangleq$ ml Perchlorsäure-Lösung.

Anmerkung: Für den Fall, daß zur Untersuchung die Lösung eines Phenolharzes vorliegt, wird zweckmäßig ungefähr das 100fache des unter Abschnitt 5.6.3 ermittelten Titers eingewogen und der Massenanteil an Hexamethylentetramin $w(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4)$ in % wie folgt errechnet:

$$w(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4) = \frac{a \cdot T \cdot 100}{m}$$

Hierin bedeuten:

a Verbrauch an Perchlorsäure-Lösung in ml

T Titer Hexamethylentetramin

m Einwaage in mg



Documents

Document Sharing Hub

Aus den Ergebnissen der Einzelbestimmungen ist der arithmetische Mittelwert zu errechnen.

5.6.3.5 Ergebnisangabe

- Bestimmungsmethode
- Massenanteil an Hexamethylentetramin in %
 - Einzelwerte
 - Mittelwert
- Prüfdatum

5.6.3.6 Präzision (Prüffehler)

Wiederholpräzision: 0,2 % Hexamethylentetramin

Vergleichpräzision: 0,3 % Hexamethylentetramin

5.6.4 Bestimmung des Hexamethylentetramins über eine Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl

5.6.4.1 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach DIN 16 916 Teil 2 (02) zur Bestimmung des Hexamethylentetramin-Gehaltes über die Stickstoffbestimmung (B2):

Hexamin-Gehalt DIN 16 916 – 02 – B2

5.6.4.2 Geräte

- 250-ml-Kjeldahl-Kolben für Aufschlußverfahren, z. B. nach DIN 12 360
- Aufschluß- und Destillationsapparatur (verschiedene Ausführungen im Handel erhältlich)
- Mikrowaage mit Skalenteilungswert 0,0001 g
- Bürette

5.6.4.3 Reagenzien

- Konzentrierte Schwefelsäure, reinst
- Reaktionsgemisch:
97 g Na_2SO_4 + 1,5 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ + 1,5 g Selen
- Natronlauge reinst, Massenanteil 30 %
- Salzsäure mit einer Stoffmengenkonzentration von 0,1 mol/l
- Natronlauge mit einer Stoffmengenkonzentration von 0,1 mol/l
- Tashiro-Indikator (60 mg Methylrot + 40 mg Methylenblau in 100 ml Ethanol)

5.6.4.4 Durchführung

5.6.4.4.1 Aufschluß

1 bis 2 g Phenolharz werden auf 1 mg in einen 250-ml-Kjeldahl-Kolben eingewogen. Man gibt 5 g des Reaktionsgemisches und 25 ml konzentrierte Schwefelsäure hinzu und erhitzt zunächst vorsichtig und nach Beendigung der Hauptreaktion bis zum Sieden. Der Aufschluß ist beendet, wenn die zunächst sich schwarzfärbende Mischung (Aufschlußlösung) klar geworden ist.

5.6.4.4.2 Destillation

Nach dem Abkühlen des Aufschlusses werden vorsichtig etwa 100 ml destilliertes Wasser zugefügt und die Aufschlußlösung quantitativ unter Nachspülen mit destilliertem Wasser in den Kolben der Destillationsapparatur überführt. Diese Lösung wird mit Natronlauge von einem Massenanteil von 30 % bis zur alkalischen Reaktion versetzt. Anschließend destilliert man mit Wasserdampf das freigesetzte Ammoniak in eine Vorlage, die 50 ml Salzsäure nach Abschnitt 5.6.4.3 enthält. Es werden etwa 300 ml Wasser überdestilliert. Nach beendeter Destillation gibt man dem Inhalt der Vorlage einige Tropfen Tashiro-Indikator zu und titriert die überschüssige Salzsäure mit Natronlauge nach Abschnitt 5.6.4.3 zurück.

5.6.4.4.3 Auswertung

Massenanteil an Hexamethylentetramin $w(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4)$

$$\frac{(a - b) \cdot 0,35}{m} \text{ in \%}$$

Hierin bedeuten:

- Vorlage ml Salzsäure
- Verbrauch ml Natronlauge bei der Rücktitration
- Einwaage in g

5.6.4.5 Ergebnisangabe

- Bestimmungsmethode
- Massenanteil an Hexamethylentetramin in %
- Prüfdatum

5.6.4.6 Präzision (Prüffehler)

Wiederholpräzision: 0,5 % Hexamethylentetramin

Vergleichpräzision: 0,5 % Hexamethylentetramin

5.7 Härtingscharakteristik von Phenolharzen

Die Härtingscharakteristik sagt aus, nach welcher Reaktionszeit ein Phenolharz bei einer bestimmten Temperatur unter den jeweiligen Versuchsbedingungen in den B-Zustand (siehe DIN 16 916 Teil 1) übergeht.

Es werden zwei verschiedene Verfahren beschrieben:

a) Bestimmung der B-Zeit auf der B-Zeit-Platte

Das Phenolharz wird auf einer Metallplatte bei vorgegebener Temperatur bis in den B-Zustand weiterkondensiert. Die hierfür notwendige Zeitspanne wird als „B-Zeit“ bezeichnet.

b) Bestimmung der Gelierzeit in Anlehnung an DIN 16 945, Ausgabe April 1976, Abschnitt 6.3.1

Die Weiterkondensation des Phenolharzes wird bei vorgegebener Temperatur in einer automatisch arbeitenden Apparatur bis zu seinem Gelpunkt, der dem B-Zustand des Harzes annähernd entspricht, durchgeführt. Die Zeitspanne zwischen Beginn der Prüfung und dem Zeitpunkt, an dem das Harz in den gelierten Zustand übergeht, wird als „Gelierzeit“ bezeichnet. Das Verfahren ist nicht anwendbar auf Novolak-Hexamethylentetramin-Gemische.

5.7.1 Bestimmung der B-Zeit auf der B-Zeit-Platte

5.7.1.1 Verfahren C1

5.7.1.1.1 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach DIN 16 916 Teil 2 (02) zur Bestimmung der B-Zeit auf der B-Zeit-Platte (C1):

B-Zeit DIN 16 916 – 02 – C1

5.7.1.1.2 Einzelprobe

Aus dem zu prüfenden Phenolharz sind mindestens 1,5 g zu entnehmen.

5.7.1.1.3 Analysenprobe

Je Vertiefung der B-Zeit-Platte 0,5 g Phenolharz.

5.7.1.1.4 Anzahl der Bestimmungen

Durchgeführt wird eine Doppelbestimmung. Sollen weitere Bestimmungen durchgeführt werden, ist dies zu vereinbaren.

5.7.1.1.5 Geräte

- B-Zeit-Platte mit Vertiefungen in Form von Kugelsegmenten 5 mm tief, 20 mm Durchmesser, 12,5 mm Kugelhalsradius (siehe Bild 2)
- Geeichtes Laborthermometer DIN 12 775 – E 0,5/0/200
- Wärmeschrank mit natürlicher Durchlüftung und Fenster nach DIN 50 011 Teil 1, Ausgabe Januar 1978, Abschnitt 2.2, zulässige Temperaturabweichung $\pm 1\text{ K}$
- Zugespitzte Metalldrähte von 2 bis 3 mm Durchmesser zum Rühren
- Mikrowaage, Begriff siehe DIN 8120 Teil 1, Skalenteilungswert 0,01 g
- Dosierspritze
- Stoppuhr entsprechend DIN 8235 Teil 1



Documents

Document Sharing Hub