

Reaktionsharze, Reaktionsmittel und Reaktionsharzmassen

Prüfverfahren

DIN
16 945

Reaction resins, reactants and reaction moulding materials; test methods

Ersatz für DIN 16 945 Teil 1

In dieser Norm bedeutet % Gewichtsprozent (Massengehalt in %), sofern nicht etwas anderes angegeben ist.

Inhalt

	Seite		Seite
1 Geltungsbereich	2	5.1 Dichte	7
2 Begriffe	2	5.2 Brechungszahl	7
2.1 Reaktionsharze	2	5.3 Viskosität im Anlieferzustand	8
2.1.1 Epoxidharze	2	5.4 Schmelzintervall	8
2.1.2 Methacrylatharze	2	5.5 Flammpunkt	8
2.1.3 Ungesättigte Polyesterharze	2	5.6 Aminzahl	8
2.1.4 Isocyanatharze	2	5.7 Hydroxylzahl	8
2.2 Reaktionsmittel	2	5.8 Wasser-Gehalt	8
2.2.1 Härter	2	5.9 Säureanhydrid-Gehalt	9
2.2.2 Beschleuniger	2	5.10 Gehalt an Aktivsauerstoff	9
2.3 Reaktionsharzmassen	2	6 Prüfung von Reaktionsharzmassen	9
3 Probenahme	2	6.1 Isothermer Viskositätsverlauf	9
4 Prüfung von Reaktionsharzen	2	6.2 Temperaturanstieg	10
4.1 Dichte	2	6.2.1 Temperaturanstieg bei EP-Harzmassen und Isocyanatharzmassen	10
4.2 Brechungszahl	2	6.2.2 Temperaturanstieg bei Methacrylat- harzmassen und UP-Harzmassen	10
4.3 Farbzahl	2	6.2.2.1 Methacrylatharzmassen und UP-Harz- massen ohne Beschleuniger	10
4.4 Viskosität im Anlieferzustand	2	6.2.2.2 Methacrylatharzmassen und UP-Harz- massen mit Beschleunigern	11
4.5 Viskosität nach Warmlagerung (sowie Viskositätsaufbau)	2	6.3 Gelierzeit	12
4.6 Schmelzintervall	2	6.4 Verhalten beim Härten	13
4.7 Flammpunkt	3	6.4.1 Bestimmung der Härtingszeit aus einer Prüf- reihe von Werten für die Formbeständigkeit in der Wärme bei Reaktionsharzformstoffen, die bei Temperaturen über Raumtemperatur gehärtet wurden	13
4.8 Gewichtsverlust	3	6.4.2 Bestimmung der Härtingszeit aus einer Prüf- reihe von Werten der acetonlöslichen Anteile bei Reaktionsharzformstoffen, die bei Tem- peraturen bis Raumtemperatur gehärtet wurden	13
4.9 Asche	3	6.4.3 Beurteilung des Verhaltens beim Härten von UP-Harz-Formstoffen	13
4.10 Füllstoffe und Verunreinigungen	4	6.5 Ermittlung der Gesamt-Volumen-Schwindung durch Dichte-Bestimmung	13
4.11 Trockenrückstand und Einbrennrückstand	4	7 Prüfbericht	14
4.12 Säurezahl	4		
4.13 Verseifungszahl	4		
4.14 Gehalt an Styrol	4		
4.15 Epoxid-Äquivalent	4		
4.16 Hydroxylzahl	5		
4.17 Gehalt an Methacrylat	5		
4.18 Gehalt an Isocyanat	5		
4.19 Organisch gebundenes Chlor und Brom	6		
4.20 Äquivalente UP-Doppelbindungen je 100 g Substanz	7		
5 Prüfung von Reaktionsmitteln (Härter, Beschleuniger und andere)	7		

Fortsetzung Seite 2 bis 14
Erläuterungen Seite 15

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

1 Geltungsbereich

Diese Norm gilt für die Prüfung von Reaktionsharzen, Reaktionsmitteln (Härter, Beschleuniger u. a.) und Reaktionsharzmassen im Sinne von Abschnitt 2.

Die in den Abschnitten 4 bis 6 angegebenen Prüfverfahren berücksichtigen Reaktionsharze auf Basis von Epoxidharzen, Methacrylatharzen, ungesättigten Polyesterharzen und Isocyanatharzen im Sinne von Abschnitt 2 und die entsprechenden Reaktionsmittel und Reaktionsharzmassen.

Welche Eigenschaften im Einzelfall zu bestimmen sind, richtet sich nach den Festlegungen für das betreffende Erzeugnis.

Prüfung von Reaktionsharzformstoffen siehe DIN 16 946 Teil 1.

2 Begriffe

2.1 Reaktionsharze

Reaktionsharze sind flüssige oder verflüssigbare Harze, die für sich oder mit Reaktionsmitteln (Härter, Beschleuniger u. a.) ohne Abspaltung flüchtiger Komponenten durch Polyaddition bzw. Polymerisation härten.

Anmerkung: Man spricht bei diesen Reaktionsharzen auch z. B. von Gießharzen, Laminierharzen, Imprägnierharzen, Tränkhharzen, Träufelharzen.

2.1.1 Epoxidharze (im folgenden kurz „EP-Harze“¹⁾²⁾ genannt) sind Reaktionsharze mit einer zur Härtung ausreichenden Anzahl von Epoxy-Gruppen.

2.1.2 Methacrylatharze sind Reaktionsharze, die aus einem polymerisierbaren Gemisch von polymeren und monomeren Methacrylsäureestern bestehen.

2.1.3 Ungesättigte Polyesterharze (im folgenden kurz „UP-Harze“¹⁾²⁾ genannt) sind Polyesterharze, bei denen mindestens eine der Komponenten Polyalkohol oder Polycarbonsäure ungesättigt ist und die mit monomeren polymerisierbaren Verbindungen copolymerisierbar sind. Sie gehören zur Gruppe der Reaktionsharze.

Anmerkung: Statt Polycarbonsäure kann auch Monocarbonsäure verwendet sein.

2.1.4 Isocyanatharze sind Reaktionsharze mit einer zur Härtung ausreichenden Anzahl von Isocyanat-Gruppen²⁾.

2.2 Reaktionsmittel

2.2.1 Härter sind Stoffe oder Stoffgemische, die die Polymerisation (z. B. bei Methacrylat- und UP-Harzen) oder Polyaddition (z. B. bei EP-Harzen) und damit das Härten bewirken.

2.2.2 Beschleuniger sind Substanzen, die, in kleinen Mengen zugesetzt, Reaktionen, z. B. die Vernetzungsreaktion, beschleunigen.

^{*)} Folgeausgabe z. Z. noch Entwurf

¹⁾ Kurzzeichen EP für Epoxid und UP für ungesättigte Polyester siehe DIN 7728 Teil 1.

²⁾ Epoxidharze für Anstrichstoffe siehe DIN 53 188, ungesättigte Polyesterharze für Anstrichstoffe siehe DIN 53 184, Isocyanatharze für Anstrichstoffe siehe DIN 53 185.

³⁾ Beim Umgang mit Reaktionsharzen, Reaktionsmitteln, Reaktionsharzmassen und den benötigten Prüfmitteln sind die notwendigen gesundheitlichen Schutzmaßnahmen zu treffen. Dabei sind die einschlägigen Vorschriften zu beachten.

2.3 Reaktionsharzmassen

Reaktionsharzmassen sind verarbeitungsfertige Mischungen eines Reaktionsharzes mit den erforderlichen Reaktionsmitteln (Härter, Beschleuniger u. a.), mit oder ohne Füllstoffe, gegebenenfalls mit Lösungsmittel.

Anmerkung: Je nach Verarbeitung und Anwendung spricht man bei diesen Reaktionsharzmassen auch z. B. von Gießharzmassen, Laminierharzmassen, Imprägnierharzmassen, Tränkhharzmassen, Träufelharzmassen.

3 Probenahme

Dem zu prüfenden Erzeugnis wird eine Durchschnittsprobe entnommen, deren Menge für den Umfang aller vorgesehenen Prüfungen ausreicht (Begriff Durchschnittsprobe siehe DIN 53 242).

4 Prüfung von Reaktionsharzen³⁾

In Tabelle 1 sind Hinweise gegeben, nach welchen Prüfverfahren die Reaktionsharze im Regelfall geprüft werden können (●). Welche Prüfungen im Einzelfall durchzuführen sind, richtet sich nach den einschlägigen Normen oder den Angaben in Technischen Lieferbedingungen oder sonstigen Festlegungen.

In einigen der Normen für die einzelnen Prüfungen ist noch das Normklima 20/65 nach DIN 50 014 angegeben. Abweichend davon sind die Prüfungen im Normklima 23/50 – 2 DIN 50 014 durchzuführen.

4.1 Dichte

Die Dichte wird nach DIN 51 757 bestimmt.

4.2 Brechungszahl

Die Brechungszahl wird nach DIN 53 491 bestimmt.

4.3 Farbzahl

Die Farbzahl wird nach der Hazenfarbskala nach DIN 53 409 bestimmt, intensive Gelbfärbung – etwa ab Hazenfarbzahl 100 – wird als Jodfarbzahl nach DIN 6162^{*)} bestimmt.

4.4 Viskosität im Anlieferzustand

Die dynamische Viskosität im Anlieferzustand (η_1) wird nach DIN 53 015 oder mit einem Rotationsviskosimeter oder einer Viskositätswaage bei einer festzulegenden und im Prüfbericht anzugebenden Temperatur bestimmt.

Empfehlung: Als Meßtemperaturen werden empfohlen 25, 60, 80 und 100 °C.

4.5 Viskosität nach Warmlagerung (sowie Viskositätsaufbau)

Falls nichts anderes festgelegt ist, wird die Probe ($24 \pm 0,5$) Stunden lang bei einer Temperatur von (120 ± 2) °C in einem geschlossenen Gefäß gelagert. Anschließend wird die Viskosität nach Abschnitt 4.4 bestimmt (Viskosität nach Warmlagerung η_2). Der Viskositätsaufbau stellt die durch die Warmlagerung bedingte Viskositäts-erhöhung, bezogen auf die Ausgangsviskosität, dar.

Der Viskositätsaufbau wird nach folgender Zahlenwertgleichung berechnet und in % angegeben:

$$\text{Viskositätsaufbau} = \frac{\eta_2 - \eta_1}{\eta_1} \cdot 100$$

4.6 Schmelzintervall

Zur Beurteilung des Schmelzverhaltens von festen EP-Harzen wird das Schmelzintervall nach DIN 53 181 bestimmt.

Tabelle 1.

Eigenschaft	Prüfung nach Abschnitt	EP-Harze		Methacrylat-harze		UP-Harze		Isocyanat-harze	
		un-gefüllt	gefüllt	un-gefüllt	gefüllt	un-gefüllt	gefüllt	un-gefüllt	gefüllt
Dichte	4.1	●	●	●	●	●	●	●	●
Brechungszahl	4.2	●		●		●		●	
Farbzahl	4.3			●		●			
Viskosität im Anlieferzustand a) nach DIN 53 015	4.4	●		●		●		●	
b) mit Rotationsviskosimeter	4.4	●	●	●	●	●	●	●	●
Viskosität nach Warmlagerung a) nach DIN 53 015	4.5	●							
b) mit Rotationsviskosimeter	4.5	●	●						
Schmelzintervall	4.6	●							
Flammpunkt	4.7	●	●	●	●	●	●	●	●
Gewichtsverlust	4.8	●	●						
Asche	4.9	●		●				●	
Füllstoffe	4.10		●		●		●		●
Verunreinigungen	4.10	●		●		●		●	
Trockenrückstand und Einbrennrückstand	4.11	●	●						
Säurezahl	4.12			●	●	●	●		
Verseifungszahl	4.13					●			
Styrol-Gehalt	4.14					●	●		
Epoxid-Äquivalent	4.15	●	●						
Hydroxylzahl	4.16					●			
Methacrylat-Gehalt	4.17			●	●				
Isocyanat-Gehalt	4.18							●	●
Organisch gebundenes Chlor und Brom	4.19	●	●	●	●	●	●	●	●
Äquivalente UP-Doppelbindungen je 100 g Substanz	4.20			●	●	●	●		

4.7 Flammpunkt

Der Flammpunkt wird nach DIN 51 376 (Prüfung im offenen Tiegel nach Cleveland) bestimmt.

Liegt der Flammpunkt nach DIN 51 376 unter 79 °C, wird er nach DIN 53 213 Teil 1 (Prüfung im geschlossenen Tiegel) bestimmt.

und, falls nichts anderes festgelegt ist, 3 Stunden lang im Wärmeschrank bei $(140 \pm 2)^\circ\text{C}$ gelagert. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur wird zurückgewogen (Auswaage A). Der Gewichtsverlust in % ist dann:

$$\text{Gewichtsverlust} = \frac{E - A}{E} \cdot 100$$

4.8 Gewichtsverlust

Etwa 5 g Reaktionsharz (Einwaage E) werden in einen Blechdeckel mit ebenem Boden (75 mm $\pm$ 5 mm Durchmesser, mit etwa 12 mm Randhöhe) auf 1 mg eingewogen

4.9 Asche

Etwa 5 g Reaktionsharz (Einwaage E) werden in einen Porzellantiegel mit etwa 50 ml Inhalt (z. B. Tiegel 150

nach DIN 12 904) auf 1 mg eingewogen, zuerst vorsichtig über der Flamme des Bunsenbrenners trocken verascht und dann bei 500 bis 600 °C im Tiegelofen 30 Minuten lang geglüht. Nach Abkühlen im Exsikkator auf Raumtemperatur wird zurückgewogen (Auswaage A). Es ist dann in %:

$$\text{Asche} = \frac{A}{E} \cdot 100$$

4.10 Füllstoffe und Verunreinigungen

Etwa 3 g Reaktionsharz (Einwaage E) werden in einen 100-ml-Erlenmeyerkolben auf 1 mg eingewogen. Der Harzanteil wird durch Zugabe von etwa 50 ml Aceton oder Methylchlorid gelöst. Nach Abfiltrieren des Füllstoffes bzw. der Verunreinigungen durch einen vorher bei 105 °C getrockneten Glasfiltertiegel *) wird mit etwa 100 ml des verwendeten Lösungsmittels nachgewaschen und bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Nach Abkühlen im Exsikkator auf Raumtemperatur wird zurückgewogen (Auswaage A). Der Gehalt an Füllstoff bzw. Verunreinigungen in % ist dann:

$$\text{Gehalt an Füllstoff bzw. Verunreinigungen} = \frac{A}{E} \cdot 100$$

Müssen aus besonderen Gründen andere als die angegebenen Lösungsmittel zum Lösen des Reaktionsharz-Anteiles verwendet werden, sind diese im Prüfbericht anzugeben.

Anmerkung: Das Prüfverfahren eignet sich nicht zur Bestimmung des Gehaltes an Füllstoffen und Verunreinigungen, die im verwendeten Lösungsmittel ganz oder teilweise löslich sind.

4.11 Trockenrückstand und Einbrennrückstand

4.11.1 Das Prüfverfahren für den Trockenrückstand ist zwischen Lieferer und Abnehmer zu vereinbaren.

4.11.2 Der Einbrennrückstand wird als Gehalt an nicht-flüchtigen Anteilen bei erhöhter Temperatur nach DIN 53 216 bestimmt. Temperatur und Dauer der Lagerung sind vom Lieferer des Reaktionsharzes anzugeben.

4.12 Säurezahl

Die Säurezahl (SZ) wird nach DIN 53 402 bestimmt.

4.13 Verseifungszahl

Die Verseifungszahl (VZ) wird nach DIN 53 401 bestimmt.

4.14 Gehalt an Styrol

Einige Tropfen (0,4 bis 0,5 g) Reaktionsharz werden in ein zuvor gewogenes niedriges Wägegglas 80 × 30 DIN 12 605 eingefüllt, das Wägegglas wird gut verschlossen und auf 0,2 mg gewogen (Einwaage E). Dann werden einige Tropfen Toluol hinzugefügt. Durch kurzes Umschwenken wird das mit Toluol verdünnte Reaktionsharz in dünner Schicht auf die gesamte Bodenfläche des Wägeglasses verteilt. Anschließend wird die Probe im offenen Wägegglas im Wärmeschrank bei (110 ± 2) °C 2 Stunden lang gelagert und nach Abkühlen auf Raumtemperatur im Exsikkator zurückgewogen (Auswaage A). Der Gehalt an Styrol in % ist dann:

$$\text{Styrol-Gehalt} = \frac{E - A}{E} \cdot 100$$

Anmerkung: Sofern andere flüchtige Verbindungen vorhanden sind, kann nach dem gleichen Verfahren gearbeitet werden. Dabei sind jedoch gegebenenfalls die Temperatur und Dauer der Lagerung zwischen Lieferer und Abnehmer zu vereinbaren.

4.15 Epoxid-Äquivalent

Das Epoxid-Äquivalent stellt diejenige Reaktionsharzmenge in g dar, die 16 g epoxidisch gebundenen Sauerstoff (Epoxidsauerstoff) enthält.

4.15.1 Verfahren A

Das Verfahren A stimmt sachlich mit der in Vorbereitung befindlichen internationalen Norm ISO/DIS 3001 überein. Es ist jedoch nicht bei stickstoffhaltigen Reaktionsharzen anwendbar.

Kurzbeschreibung des Prüfverfahrens ⁵⁾

Das in Chloroform und Eisessig gelöste Reaktionsharz wird mit Tetraäthylammoniumbromid-Lösung versetzt und mit Perchlorsäure titriert. Der Verbrauch an Perchlorsäure ist dem Gehalt an Epoxidsauerstoff äquivalent.

Prüfmittel

Eisessig, 99 bis 100 %ig, z. A.

Essigsäureanhydrid, z. A.

Chloroform, z. A.

Kaliumhydrogenphthalat, z. A.

Indikatorlösung: 0,1 %ige Lösung von Kristallviolett in Eisessig

Perchlorsäure, 0,1 N, in Eisessig

(Herstellung siehe Abschnitt 5.6; die Temperatur der Lösung ist auf 0,1 K zu messen)

Etraäthylenammoniumbromid-Lösung

(zum Herstellen werden 100 g Tetraäthylenammoniumbromid in 400 ml Eisessig gelöst. Dazu werden einige Tropfen Indikatorlösung gegeben. Ändert sich dadurch die Farbe, muß durch Zugabe von 0,1 N Perchlorsäure die ursprüngliche Farbe wieder eingestellt werden.)

Anmerkung: Bei manchen wenig reaktiven EP-Harzen empfiehlt es sich, Tetrabutylammoniumjodid in fester Form oder als 10 %ige Lösung in Chloroform zu verwenden. In diesem Fall ist Lichteinwirkung möglichst zu vermeiden. Die Lösung ist nicht beständig und muß vor jeder Titration neu angesetzt werden.

Gerät

Waage mit einer Fehlergrenze von ± 0,1 mg

Erlenmeyerkolben 100 oder 250 ml mit Schliff

(z. B. E 100 ANS 29 DIN 12 387 oder E 250 ANS 29 DIN 12 387)

Bürette auf Vorratsflasche (z. B. N VAS 10 – 002 DIN 12 700) oder 10-ml-Bürette (z. B. SKAS 10 – 002 DIN 12 700)

Pipette, 10 ml (z. B. VPAS 10 DIN 12 691)

Glasapparatur mit Kegelschliffverbindungen;

Lufräume durch Calciumchlorid vor Feuchtigkeit geschützt

Magnetrührer, Rührstab mit Polytetrafluoräthylen ummantelt

Thermometer, das gestattet, die Temperatur auf ± 0,1 K zu messen ⁶⁾.

Durchführung

In den Erlenmeyerkolben wird eine Probe, die 0,6 bis 0,9 Epoxid-Milli-Äquivalent enthält, auf ± 0,2 mg eingewogen (Einwaage E).

⁴⁾ Über die Bezugsquellen gibt Auskunft: Normenausschuß Kunststoffe, Burggrafenstraße 4-7, 1000 Berlin 30.

⁵⁾ Anstelle der nachfolgend beschriebenen Prüfung kann auch potentiometrisch titriert werden.

⁶⁾ K (Kelvin) anstelle von gr.

Anmerkung: Diese Menge entspricht einer Masse zwischen 0,6 und 0,9 × dem geschätzten Epoxid-Äquivalent.

Anschließend werden 10 ml Chloroform und 20 ml Eisessig zugegeben und die Probe wird, gegebenenfalls unter leichtem Erwärmen, unter ständigem Rühren gelöst.

Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden 10 ml Tetraäthylammoniumbromid-Lösung und einige Tropfen Indikatorlösung zugegeben. Unmittelbar danach wird unter Rühren bis zum Farbumschlag nach blau-grün mit 0,1 N Perchlorsäure, deren Temperatur auf ± 0,1 K zu messen ist, titriert⁶⁾.

In einem zweiten Erlenmeyerkolben wird in gleicher Weise, jedoch ohne Probe, ein Blindversuch durchgeführt.

$$\text{Epoxid-Äquivalent} = \frac{E \cdot 1000}{(a - b) \cdot \left(1 - \frac{t_1 - t_2}{1000}\right) \cdot n}$$

Hierbei bedeuten:

E Einwaage in g

a Verbrauch an 0,1 N Perchlorsäure in ml beim Hauptversuch

b Verbrauch an 0,1 N Perchlorsäure in ml beim Blindversuch

*t*₁ Temperatur der 0,1 N Perchlorsäure in °C während der Titration

*t*₂ Temperatur der 0,1 N Perchlorsäure in °C während der Einstellung

n Normalität der 0,1 N Perchlorsäure

Anmerkung: Der Korrekturfaktor $1 - \frac{t_1 - t_2}{1000}$ ist notwendig, weil der Ausdehnungskoeffizient der 0,1 N Perchlorsäure $\frac{1,07}{10^3 \cdot K}$ beträgt. Dies entspricht einer Volumenänderung von 0,1 % je K.

Der Korrekturfaktor kann vermieden werden, wenn bei gleichbleibender Temperatur gearbeitet wird.

4.15.2 Verfahren B⁷⁾

Kurzbeschreibung des Prüfverfahrens: Das in Methyläthylketon gelöste ungefüllte Reaktionsharz oder bei gefüllten Reaktionsharzen die filtrierte Lösung wird mit überschüssiger Methyläthylketon-Salzsäure-Lösung versetzt. Die nicht zur Chlorhydrinbildung benötigte Säure wird zurücktitriert. Der Verbrauch an Salzsäure ist dem Gehalt an Epoxidsauerstoff äquivalent.

Prüfmittel:

Methyläthylketon (MÄK) z. A.

Methyläthylketon-Salzsäure-Lösung (im folgenden kurz „MÄK/HCl-Lösung“ genannt): 10 ml konzentrierte Salzsäure p. a. werden in 300 ml MÄK gelöst.

0,1 N alkoholische Kaliumhydroxid-Lösung (KOH)

Indikator: Kresolrot (0,1 %ige Lösung in 80 %igem wäßrigen Aceton).

Durchführung:

0,15 bis 0,2 g Reaktionsharz (für Epoxid-Äquivalente > 200 und bei Reaktionsharz-Lösungen kann die Einwaage größer sein) werden in einem 200-ml-Erlenmeyerkolben mit Schläff auf 0,2 mg eingewogen, in 5 ml Methyläthylketon gelöst und dann mit 10 ml der MÄK/HCl-Lösung versetzt. Der Erlenmeyerkolben bleibt 30 bis 45 Minuten lang bei Raumtemperatur verschlossen stehen (gelegentlich umschütteln).

Nach Zugabe von 3 ml destilliertem Wasser wird der Überschuß an Salzsäure mit 0,1 N KOH gegen Kresolrot zurücktitriert. Ein bei Zugabe der Salzsäure entstehender Niederschlag löst sich nach Zusatz des Wassers wieder auf, es bilden sich zwei Schichten. Bei der Titration entsteht nach

Zugabe der ersten ml KOH bald eine homogene Lösung. Der Umschlag von goldgelb nach violett ist gut zu erkennen. Mit einer Blindprobe wird wie beim Hauptversuch verfahren.

$$\text{Epoxid-Äquivalent} = \frac{E \cdot 10}{(a - b) \cdot F}$$

Hierin bedeuten:

a Verbrauch an 0,1 N KOH in ml beim Blindversuch

b Verbrauch an 0,1 N KOH in ml beim Hauptversuch

E Einwaage in mg

F Faktor der 0,1 N KOH (= 1 für 0,1 N KOH)

4.16 Hydroxylzahl

Die Hydroxylzahl wird nach DIN 53 240 bestimmt⁸⁾.

4.17 Gehalt an Methacrylat

Etwa 0,4 bis 0,5 g Reaktionsharz werden in ein zuvor gewogenes niedriges Wägegglas 80 × 30 DIN 12 605 eingefüllt, das Wägegglas wird gut verschlossen und auf 1 mg gewogen (Einwaage *E*).

Dann gibt man 5 ml Chloroform hinzu, das etwas Hydrochinon (≈ 0,1 %) enthält. Durch kurzes Umschwenken wird das mit Chloroform verdünnte Reaktionsharz in dünner Schicht auf die gesamte Bodenfläche des Wägeglasses verteilt. Anschließend wird die Probe im Wägegglas im Vakuumtrockenschrank bei (80 ± 2) °C vorsichtig bei langsam ansteigendem Wasserstrahlvakuum 2 Stunden lang getrocknet. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur im Exsikkator wird die Probe zurückgewogen (Auswaage *A*). Der Gehalt an Methacrylat in % ist dann:

$$\text{Methacrylat-Gehalt} = \frac{E - A}{E} \cdot 100$$

4.18 Gehalt an Isocyanat

(Bestimmung des NCO-Gehaltes)

Kurzbeschreibung des Prüfverfahrens: Der Isocyanat-Gehalt wird durch Umsetzung des Isocyanates mit überschüssigem Dibutylamin und Rücktitration des Überschlusses mit Salzsäure gegen Bromphenolblau bestimmt.

Ferner wird eine Bestimmung des Säurechlorid-Chlors vorgenommen, die bei der Berechnung des NCO-Gehaltes berücksichtigt werden muß.

Prüfgerät:

Gerät für potentiometrische Titration⁹⁾

Elektroden für die Bestimmung des Säurechlorid-Chlorgehaltes:

Silberelektrode

Kalomelektrode mit gesättigter Kaliumchloridlösung (Verbindung zum Titriergefäß über eine mit gesättigter Kaliumnitratlösung gefüllte Brücke)

Prüfmittel:

Etwa 2 n Di(n-butyl)-amin-Lösung

Chlorbenzol über Calciumchlorid getrocknet

1 N Salzsäure

0,1 N Silbernitrat-Lösung

⁶⁾ Siehe Seite 4

⁷⁾ Verfahren nach W. Kleeberg und G. Jung, Kunststoffe 51 (1961), S. 714-715.

⁸⁾ Es ist vorgesehen, zu gegebener Zeit ein weiteres Prüfverfahren entsprechend der internationalen Norm ISO 2554-1974 (Bestimmung der Hydroxylzahl von UP-Harzen), in DIN 16 945 aufzunehmen.

⁹⁾ Für solche Geräte ist auch die Benennung „Potentiometer“ allgemein gebräuchlich. Auskünfte über die Norm erteilt der Normenausschuß Kunststoffe, Burggrafenstraße 4-7, 1000 Berlin 30.