

Bindemittel für Anstrichstoffe
Bestimmung des Schmelzbereiches von Harzen
 nach dem Kapillar-Verfahren

DIN
53 181

Binders for paints and varnishes; determination of the melting interval of resins by the capillary method

1 Zweck und Anwendung

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung des Temperaturbereiches, in dem ein Harz¹⁾ aus dem festen in den flüssigen Zustand übergeht.

Die Prüfung eignet sich zum Beurteilen von Natur- und Kunstharzen¹⁾ für die Herstellung von Anstrichstoffen und ähnlichen Beschichtungsstoffen mit Ausnahme solcher fossiler Harze wie harte Naturkopale und Bernstein, auf die Wärme chemisch verändernd einwirkt (siehe auch die Erläuterungen).

2 Mitgeltende Normen

- DIN 53 242 Teil 1 (Vornorm) Rohstoffe für Anstrichstoffe; Probenahme; Begriffe, Allgemeine Regeln
- DIN 53 242 Teil 4 Rohstoffe für Anstrichstoffe, Pigmente; Probenahme; Feste Stoffe
- DIN 53 736 Prüfung von Kunststoffen; Visuelle Bestimmung der Schmelztemperatur von teilkristallinen Kunststoffen

3 Begriffe

Der Schmelzbereich ist der Bereich zwischen dem nach dieser Norm ermittelten Sinterpunkt und dem Schmelzpunkt des Harzes.

Der Sinterpunkt nach dieser Norm ist die Temperatur, bei der die erste Veränderung in der Struktur des Harzpulvers sichtbar wird.

Als Schmelzpunkt nach dieser Norm wird — im Gegensatz zum Schmelzpunkt bei teilkristallinen Substanzen — die Temperatur bezeichnet, bei der die zusammengesinterte Masse des Harzpulvers beginnt, durchscheinend (nicht durchsichtig) zu werden und/oder sich von der Wand zu lösen.

4 Bezeichnung des Verfahrens

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung des Schmelzbereiches von Harzen (A):

Prüfung DIN 53181 — A

5 Probenahme

Aus dem zu prüfenden Erzeugnis wird nach DIN 53 242 Teil 1 (Vornorm) und DIN 53 242 Teil 4 eine Durchschnittsprobe entnommen. Bei stückigem Material ist nur eine Einzelprobe möglich, da bei der Aufbereitung nach Abschnitt 6 keine größere Anzahl von Stücken verarbeitet werden kann. Bei einer Vorzerkleinerung der Probe, in Misch-, Sieb- und Verjüngungsvorgängen, sowie einer Aufbewahrung der Probe besteht die Gefahr einer Veränderung der Probe. Die Probe soll deshalb aus frisch gebrochenen Stücken

bestehen, die noch nicht oberflächlich oxidiert sind. Von Proben, die als kleinere Stücke vorliegen, wird die Oberfläche kurz vor der Prüfung abgekratzt. Dabei sollen die abgekratzten und die anderen staubförmigen Probenanteile von den Stücken getrennt werden.

6 Aufbereitung der Probe

Etwa 1 g der nach Abschnitt 5 erhaltenen Probe wird in einer Reibschale, vorzugsweise aus Achat oder ersatzweise aus Porzellan, auf eine maximale Korngröße von 0,1 mm zerkleinert.

7 Geräte

7.1 Kapillarrohre

aus Glas, Innendurchmesser 1,5 mm $\pm$ 0,2 mm, Wanddicke 0,5 mm $\pm$ 0,1 mm, an einem Ende zugeschmolzen.

Zur Trocknung werden die Kapillarrohre im Exsikkator über einem geeigneten Trocknungsmittel aufbewahrt.

7.2 Kapillar-Schmelzpunktgerät mit Lupe

7.2.1 Kapillar-Schmelzpunktgerät mit Heizbadflüssigkeit

Es muß sichergestellt sein, daß die Heizbadflüssigkeit (z. B. Silikonöl, keine Schwefelsäure) so bewegt wird, daß sie überall gleichmäßig erhitzt wird (und zwar wie in Abschnitt 9.2 vorgeschrieben mit 2 °C/Minute).

7.2.2 Kapillar-Schmelzpunktgerät mit beheizbarem Metallblock

Das Kapillar-Schmelzpunktgerät mit beheizbarem Metallblock ist in DIN 53 736, Ausgabe August 1973, Abschnitt 6.1, beschrieben.

7.2.3 Temperaturmeßgerät

Das zur Bestimmung des Schmelzbereiches in den Geräten nach Abschnitt 7.2.1 und 7.2.2 verwendete Thermometer mit einem Skalenwert von 1 °C muß mit Hilfe von Testsubstanzen bekannter Schmelztemperatur am jeweiligen Gerät kalibriert sein. Geeignete Testsubstanzen sind:

Azobenzol	Schmelzpunkt	69,0 °C
Naphthalin	Schmelzpunkt	80,2 °C
Benzil	Schmelzpunkt	96,0 °C
Benzoesäure	Schmelzpunkt	121,7 °C
Phenacetin	Schmelzpunkt	136,0 °C
Hydrochinon	Schmelzpunkt	170,3 °C
Saccharin	Schmelzpunkt	229,4 °C

Der Temperaturbereich beginnt bei 20 °C und endet beim Gerät mit Heizbadflüssigkeit (Abschnitt 7.2.1) mit der Belastbarkeit der Badflüssigkeit, beim Metallblock (Abschnitt 7.2.2) bei 300 °C. Anstelle des Thermometers kann mit Vorteil ein Temperaturfühler (z. B. Pt100) mit Digitalanzeige eingesetzt werden.

¹⁾ Begriffe Harz, Naturharz und Kunstharz siehe DIN 55 947

Fortsetzung Seite 2
 Erläuterungen Seite 2

8 Anzahl der Bestimmungen

Die Bestimmung wird mit zwei Kapillarrohren gleichzeitig durchgeführt. Diese Bestimmung wird mit zwei neuen Kapillarrohren wiederholt.

9 Durchführung

9.1 Einfüllen der Probe

Die nach Abschnitt 6 aufbereitete Probe wird in die Kapillarrohre je etwa 10 mm hoch eingefüllt, indem die Probe mit dem Kapillarrohr aufgenommen und durch Aufstoßen des zugeschmolzenen Endes auf eine feste Unterlage bis zur vorgeschriebenen Höhe aufgefüllt wird.

9.2 Aufheizen des Gerätes

Das Kapillar-Schmelzpunktgerät wird bis etwa 20 °C unterhalb der zu erwartenden Sintertemperatur aufgeheizt. Nach dem Einsetzen der gefüllten Kapillarrohre wird mit einem Temperaturanstieg von $(2 \pm 0,5) ^\circ\text{C}/\text{Minute}$ weiter aufgeheizt. Es wird beobachtet, bei welcher Temperatur der Sinterpunkt und der Schmelzpunkt eintreten.

10 Auswertung

Aus den für die vier Proben erhaltenen Einzelwerten wird für den Sinterpunkt und den Schmelzpunkt jeweils der arithmetische Mittelwert gebildet und als Ergebnis angegeben.

11 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- die Art und Bezeichnung des geprüften Erzeugnisses;
- einen Hinweis auf diese Norm;
- den Schmelzbereich in °C auf ganze °C gerundet, Mittelwert, in Schiedsfällen auch Einzelwerte (Beispiel für ein Harz mit einem Sinterpunkt von 95 °C und einem Schmelzpunkt von 105 °C: Schmelzbereich 95/105 °C)
- jede vereinbarte oder sonstige Abweichung von dem festgelegten Verfahren
- das Prüfdatum.

Erläuterungen

Die vorliegende Norm wurde vom FA-Arbeitsausschuß 2 „Bindemittel aus Naturstoffen“ aufgestellt.

Das angegebene Prüfverfahren ist aus dem in der Praxis üblichen Verfahren für die Bestimmung des Schmelzverhaltens organischer Substanzen entwickelt worden. Während sich aber bei reinen organischen Substanzen das Schmelzverhalten in einem Schmelzpunkt ausdrückt, der dadurch gekennzeichnet ist, daß die Kristalle innerhalb eines sehr engen Temperaturbereiches verschwunden sind und eine klare Schmelze vorliegt, tritt ein solcher definierter Schmelzpunkt bei Harzen im allgemeinen nicht auf. Fast alle Harze sind chemisch nicht einheitliche Substanzen, sondern Gemische von mehreren mehr oder weniger einheitlichen Verbindungen oder Gemengen von Polymerhomologen. Dies drückt sich auch in ihrem Verhalten beim Schmelzen aus, indem sich der Schmelzvorgang nicht auf einen Temperaturpunkt, sondern auf einen Temperaturbereich erstreckt. Die Beobachtung der Grenzen dieses Temperaturbereichs zwischen „Sinterpunkt“ und „Schmelzpunkt“ ist nicht ganz einfach. Die Definition für den Sinterpunkt und den Schmelzpunkt und die angegebenen Versuchsbedingungen müssen genau beachtet werden, was einige Übung erfordert.

Nach Abschnitt 1 wurde die Anwendung für Phenolharze nicht ausgeschlossen, obwohl diese bei der Erwärmung

eine Veränderung erleiden. Die Zeit der Vorerwärmung ist ziemlich kurz und definiert, so daß bei der einsetzenden Kondensation auch schon Sintern und Schmelzen nach Abschnitt 3 beobachtet werden können, der Schmelzbereich also eine brauchbare Kennzahl abgibt.

Wichtig ist, daß die Harzprobe zu feinstem Harzpulver gleichmäßig zerkleinert und, wie angegeben, in die Kapillarrohre eingefüllt wird, da sonst der „Sinterpunkt“ gelegentlich schlecht festgestellt werden kann.

Da die Kapillarrohre Feuchtigkeit zurückhalten können, wird festgelegt, daß sie vor Einfüllen der Harzprobe getrocknet werden müssen.

Die Schwierigkeit, den Sinter- bzw. Schmelzpunkt in Worten so zu formulieren, daß sie von jedem Bearbeiter gleich erkannt werden, zeigt sich in der allgemein sehr guten Wiederholbarkeit, aber wesentlich schlechteren Vergleichbarkeit (R). In einem Rundversuch von fünf geübten Laboratorien ergab sich folgendes:

Bereich in °C	50 bis 60	100 bis 110	135 bis 145
R in °C	4	6	8