

Prüfung von wäßrigen Kunststoff-Dispersionen
Bestimmung des Festkörpergehaltes bei 105 °C

DIN
53 189

Testing of polymer and copolymer aqueous dispersions; determination of the solid content at 105 °C

Zusammenhang mit der ISO-Empfehlung ISO/R 1625-1970 siehe Erläuterungen.

Maße in mm

1. Zweck und Anwendung

Die Verfahren nach dieser Norm (Verfahren A, B und C) dienen zur Bestimmung des Festkörpergehaltes¹⁾ von wäßrigen Kunststoff-Dispersionen. Sie sind anwendbar für alle wäßrigen Dispersionen von Polymeren und Copolymeren, welche bei der Prüftemperatur beständig sind und keine anderen flüchtigen Substanzen als Wasser, Lösungsmittel und ähnliche Stoffe enthalten.

Der Festkörpergehalt von weichmacherfreien Kunststoff-Dispersionen besteht in der Hauptsache aus den Polymeren oder Copolymeren und aus einer geringen Menge von Zusätzen, wie Tensiden, Schutzkolloiden usw. Bei weichmacherhaltigen Kunststoff-Dispersionen wird der Weichmacher mit dem Festkörpergehalt erfaßt.

Wenn die zu prüfende Kunststoff-Dispersion bei den in dieser Norm angegebenen Prüfbedingungen nicht beständig ist, z. B. durch zu hohe Flüchtigkeit des Weichmachers, so sind andere Prüfbedingungen zu wählen, welche im Prüfbericht anzugeben sind.

2. Kurzbeschreibung der Verfahren

Eine Probe der zu prüfenden Kunststoff-Dispersion wird in Form einer, je nach dem angewendeten Verfahren (A, B oder C) hergestellten dünnen gleichmäßigen Schicht, 1 Stunde lang bei einer Temperatur von 105 °C getrocknet. Der erhaltene Rückstand wird gewogen.

3. Probenahme

Aus der zu prüfenden Kunststoff-Dispersion wird in Anlehnung an DIN 53 225 eine Durchschnittsprobe entnommen.

4. Geräte

Analysenwaage²⁾

Wärmeschrank mit natürlicher Durchlüftung nach DIN 50 011 Blatt 1 für eine Temperatur von (105 ± 2) °C und eine Temperatur von 180 °C

Exsikkator mit einem Trocknungsmittel, z. B. Calciumchlorid oder Silicagel

Zum Herstellen einer gleichmäßigen dünnen Schicht der Probe:

Für Verfahren A: Planwägeglas nach Heidbrink (Bilder 1, 2 und 3), bestehend aus zwei Platten aus Glas von 60 mm Durchmesser, von denen eine mit einer Halterung für die andere Platte versehen ist. Die inneren kreisförmigen Flächen der Platten müssen völlig eben und glatt sein.

¹⁾ Begriff Festkörper siehe DIN 55 945 Blatt 1

²⁾ Begriff siehe DIN 8120

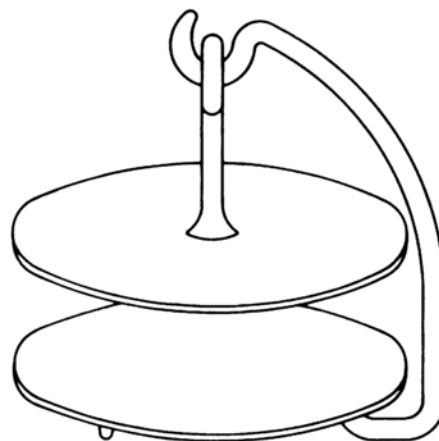


Bild 1.

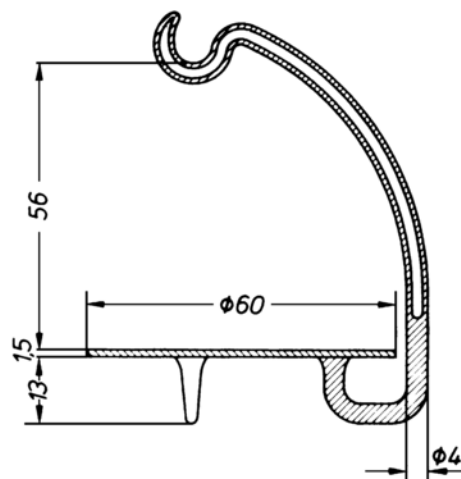


Bild 2.

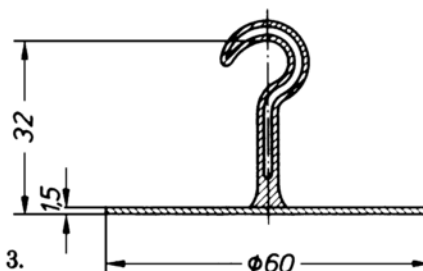


Bild 3.

Für Verfahren B: Aluminiumfolie, etwa 0,1 mm dick, in Rechtecke von 60 mm x 120 mm geschnitten

Für Verfahren C: Flache Schale aus Glas oder genügend beständigem Metall (z. B. Dosendeckel), Durchmesser etwa 70 mm, Höhe mindestens 3 mm.

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 2

Fachnormenausschuß Kunststoffe (FNK) im Deutschen Normenausschuß (DNA)
Fachnormenausschuß Materialprüfung im DNA

5. Durchführung

5.1. Verfahren A

5.1.1. Das Planwägegglas wird in der in Bild 1 dargestellten Anordnung etwa 30 Minuten lang in einem Wärmeschrank bei einer Temperatur von $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ gelagert, anschließend in einem Exsikkator 30 Minuten lang abgekühlt und auf 0,0001 g gewogen (Gewicht m_1). Auf die untere Platte des Planwägeglasses wird dann mit einem Glasstab oder einem kleinen Spatel $1 \text{ g} \pm 0,2 \text{ g}$ der Probe gegeben. Dabei wird zweckmäßig die obere Platte abgenommen. Anschließend wird die obere Platte mit leichtem Druck so auf die untere Platte gelegt, daß sich eine gleichmäßige Schicht der Probe zwischen den Platten bildet (siehe Anmerkung). Das Planwägegglas wird auf 0,0001 g gewogen (Gewicht m_2).

Anmerkung: Die Abmessungen der Platten sind so gewählt, daß bei einer Einwaage von $1 \text{ g} \pm 0,2 \text{ g}$ ein Überfließen der Probe über den Rand der Platten vermieden wird. Bei Kunststoff-Dispersionen mit sehr niedriger Viskosität empfiehlt es sich, besonders sorgfältig zu arbeiten oder nach Verfahren C zu prüfen.

5.1.2. Die Platten des Planwägeglasses werden voneinander getrennt, und die obere Platte wird in ihre Halterung gehängt. Das Planwägegglas wird 1 Stunde ± 5 Minuten lang in einem Wärmeschrank bei einer Temperatur von $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ gelagert, danach 30 Minuten lang in einem Exsikkator abgekühlt und auf 0,0001 g gewogen (Gewicht m_3).

5.2. Verfahren B

5.2.1. Eine rechteckige Aluminiumfolie nach Abschnitt 4 wird etwa 30 Minuten lang in einem Wärmeschrank bei einer Temperatur von 180°C gelagert, anschließend in einem Exsikkator 30 Minuten lang abgekühlt und auf 0,0001 g gewogen (Gewicht m_1). Die Aluminiumfolie wird dann so gefaltet, daß sie annähernd ein Quadrat bildet und nach Markierung der Faltstellen wieder entfaltet. In die Mitte des Quadrates wird $1 \text{ g} \pm 0,2 \text{ g}$ der Probe gegeben. Sofort anschließend wird die Folie wieder gefaltet und die Probe durch leichten Druck mit den Fingern gleichmäßig verteilt. Dabei ist darauf zu achten, daß die Probe nicht über den Rand der Folie fließt. Die Folie wird auf 0,0001 g gewogen (Gewicht m_2).

5.2.2. Die Folie wird entfaltet und 1 Stunde ± 5 Minuten lang in einem Wärmeschrank bei einer Temperatur von $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ gelagert, danach 30 Minuten lang in einem Exsikkator abgekühlt und auf 0,0001 g gewogen (Gewicht m_3).

5.3. Verfahren C

5.3.1. Die Schale nach Abschnitt 4 wird etwa 30 Minuten lang in einem Wärmeschrank bei einer Temperatur von entweder $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ (Schalen aus Glas) oder 180°C (Schalen aus Metall) gelagert, anschließend in einem Exsikkator 30 Minuten lang abgekühlt und auf 0,0001 g gewogen (Gewicht m_1). In die Schale wird $1 \text{ g} \pm 0,2 \text{ g}$ der Probe gegeben. Proben mit geringem Fließvermögen werden anschließend mit einem vorher gewogenen Glasstab gleichmäßig verteilt. Die Schale wird, gegebenenfalls zusammen mit dem Glasstab, auf 0,0001 g gewogen (Gewicht m_2).

5.3.2. Die Schale wird 1 Stunde ± 5 Minuten lang in einem Wärmeschrank bei einer Temperatur von $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ gelagert, danach 30 Minuten lang in einem Exsikkator abgekühlt und auf 0,0001 g gewogen (Gewicht m_3).

5.4. Es sind mindestens 2 Bestimmungen nach Abschnitt 5.1, 5.2 oder 5.3 durchzuführen.

6. Auswertung

Der Festkörpergehalt in Gew.-% wird nach folgender Zahlenwertgleichung berechnet:

$$\text{Festkörpergehalt} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100$$

Hierin bedeuten:

m_1 Gewicht des Planwägeglasses, der Aluminiumfolie bzw. der Schale in g

m_2 Gewicht des Planwägeglasses, der Aluminiumfolie bzw. der Schale mit der Probe in g

m_3 Gewicht des Planwägeglasses, der Aluminiumfolie bzw. der Schale mit dem Rückstand in g

Wenn die Ergebnisse von zwei Bestimmungen nach Abschnitt 5.1, 5.2 oder 5.3 um mehr als 0,5 % (absolut) voneinander abweichen, so wird die Prüfung wiederholt.

7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Bezeichnung der Kunststoff-Dispersion

Festkörpergehalt in Gew.-% mit Angabe, ob nach Verfahren A, B oder C geprüft wurde

Mittelwert, in Schiedsfällen auch Einzelwerte

Von dieser Norm abweichende Prüfbedingungen (vgl. Abschnitt 1)

Prüfdatum

Erläuterungen

Die vorliegende Norm wurde vom FNK-Arbeitsausschuß 27 „Wäßrige Kunststoff-Dispersionen“ aufgestellt. Sie stimmt sachlich überein mit der ISO-Empfehlung²⁾ ISO/R 1625-1970 – „Plastics. Aqueous dispersions of polymers and copolymers. Determination of dry solids content at 105°C “ – „Matières plastiques. Dispersions aqueuses de polymères et copolymères. Détermination de l'extrait sec à 105°C “ – „Kunststoffe. Wäßrige Dispersionen von Polymeren und Copolymeren. Bestimmung des Festkörpergehaltes bei 105°C “.

Gegenüber dem Verfahren in der bisher gültigen Ausgabe vom Februar 1958 dieser Norm, wurde die Arbeitsweise vereinfacht und erleichtert, ohne die erforderliche Genauigkeit zu beeinträchtigen.

2) ISO = International Organization for Standardization