

Prüfung von Kunststoffen
Bestimmung der thermischen Stabilität
von Polymerisaten und Copolymerisaten
des Vinylchlorids sowie ihrer Mischungen
Kongorotpapier-Verfahren

DIN
53 381
Blatt 1

Testing plastics; determination of the thermal stability of polyvinyl chloride and related copolymers and their compounds; congo red method.

Zusammenhang mit der von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Empfehlung ISO/R 182-1970 siehe Erläuterungen.

1. Zweck und Anwendung

1.1. Die Prüfung dient zur Beurteilung der „thermischen Stabilität“ von Polymerisaten und Copolymerisaten des Vinylchlorids sowie ihrer Mischungen bei Wärmeeinwirkung, z. B. bei der Verarbeitung.

Anmerkung: Die thermische Zersetzung dieser chlorhaltigen Polymerisate ist eine sehr komplexe Reaktion, die wesentlich von Art und Menge der Stabilisatoren und anderer Zusatzstoffe und vom Gasmedium beeinflusst wird. Die Zersetzung, die mit der Verfärbung, dem Abspalten von Chlorwasserstoff und anderen erkennbaren Änderungen eintritt, kann zu einer teilweisen oder vollständigen Verkohlung führen.

Die Abspaltung von Chlorwasserstoff ist eines der wichtigsten Anzeichen der Zersetzung der Polymerisate, auch wenn sie nicht parallel mit der Verfärbung¹⁾ und anderen Zersetzungserscheinungen verläuft.

1.2. Zur Beurteilung der thermischen Stabilität nach dieser Norm wird die Zeitdauer bestimmt, in welcher der sich durch Wärmeeinwirkung abspaltende Chlorwasserstoff an dem als Indikator dienenden Kongorotpapier einen Farbumschlag hervorruft. Das Kongorotpapier ist zu diesem Zweck in einem Reagenzglas über der Probe angeordnet (siehe Abschnitt 4).

Anmerkung: Die Prüfung nach dieser Norm gestattet nur eine Aussage über den Beginn der Zersetzung, die zur Chlorwasserstoffabspaltung führt, nicht aber über deren weiteren Verlauf (siehe hierzu die Erläuterungen).

Die Prüfung wird in Luft (oxydierendes Medium) durchgeführt. Sie ist deshalb zur Beurteilung der thermischen Stabilität von Polymerisaten geeignet, die in Luft thermisch beansprucht oder z. B. durch Walzen oder Kalandrieren verarbeitet werden.

1.3. Die anzuwendende Prüftemperatur ist abhängig von der Art des Erzeugnisses (z. B. Suspensionspolymerisat, Emulsionspolymerisat, Verwendung von Stabilisatoren usw.) und von den Verarbeitungsbedingungen. Sie muß deshalb von Fall zu Fall vereinbart oder in Technischen Lieferbedingungen festgelegt werden. Die Prüftemperatur ist so zu wählen, daß die Zeitdauer der Prüfung mindestens 20 Minuten und höchstens 5 Stunden beträgt.

Empfehlung: Die Prüfungen sollen, in Übereinstimmung mit der ISO-Empfehlung R 182, möglichst bei 180 °C durchgeführt werden. Falls andere Temperaturen zweckmäßiger sind, werden als weitere Prüftemperaturen 170 °C und 200 °C empfohlen.

2. Entnahme, Form und Anzahl der Proben

2.1. Aus dem zu prüfenden Erzeugnis (siehe Abschnitte 2.2 bis 2.4) wird eine Durchschnittsprobe entnommen, die für mindestens zwei Bestimmungen ausreicht.

2.2. Formmassen, die als Granulat oder in ähnlicher Form vorliegen, sowie reines Polymerisat in Pulverform werden in der vorliegenden Form geprüft.

2.3. Tafeln und Folien werden in Stücke mit einer Fläche von etwa 5 bis 6 mm² geschnitten.

2.4. Liegt das zu prüfende Erzeugnis als Paste (Plastisol) vor, so wird diese 10 Minuten lang bei 170 °C zu einer gut verschmolzenen Folie gelatinisiert. Die Folie wird dann in Stücke mit einer Fläche von etwa 5 bis 6 mm² geschnitten.

3. Prüfgerät

3.1. Prüfeinrichtung (siehe Bild) bestehend aus folgenden Teilen:

3.1.1. Reagenzgläser mit einem Außendurchmesser von 16 bis 18 mm, einer Wanddicke von 0,4 mm und einer Länge von 150 mm²⁾.

3.1.2. Korkstopfen für die Reagenzgläser nach Abschnitt 3.1.1 mit Bohrung, in der ein Glasrohr von 2 bis 3 mm Innendurchmesser und etwa 100 mm Länge verschiebbar eingesetzt ist.

3.1.3. Kongorotpapier in Streifen von 10 mm Breite und 30 mm Länge.

1) Siehe DIN 53 381 Blatt 2

2) In ISO/R 182-1970 sind Reagenzgläser von 17 mm Außendurchmesser mit abgeplattetem Boden angegeben.

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 3

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

3.1.4. Heizbad: Ölbad für einen Temperaturbereich von 120 bis 210 °C mit einer Temperaturregelung auf ± 1 °C, einer Rührereinrichtung, einer Einrichtung, um die erforderliche Anzahl von Reagenzgläsern (nach Abschnitt 3.1.1) 50 mm tief in das Ölbad eingetaucht zu halten, und einer Wärmeabschirmung nach oben.

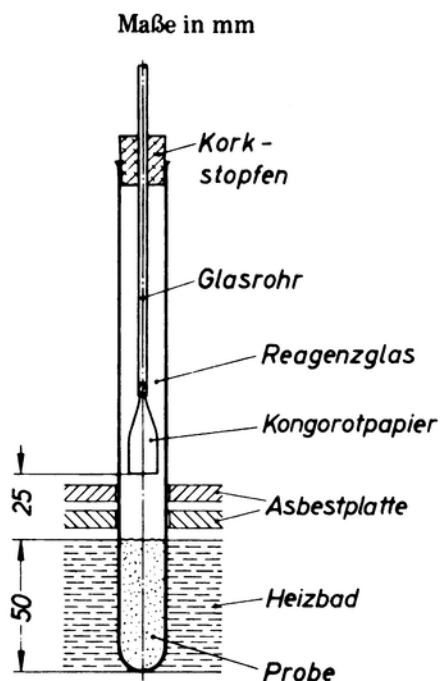
Empfehlung: Durch zwei übereinanderliegende Asbestplatten mit Luftzwischenraum, die nur die Löcher für die Reagenzgläser, Thermometer usw. enthalten, wird das Ölbad gegen Wärmeabstrahlung zum oberen Teil der Reagenzgläser mit dem Kongorotpapier hin abgeschirmt (siehe Bild).

Andere Heizbäder als Ölbad sind zugelassen, wenn die mit ihnen erzielten Prüfergebnisse mit den im angegebenen Ölbad erzielten Prüfergebnissen übereinstimmen (siehe auch Erläuterungen).

3.2. Stoppuhr.

4. Durchführung

4.1. Von jeder Probe werden mindestens zwei Bestimmungen gleichzeitig im gleichen Ölbad, aber in verschiedenen Reagenzgläsern durchgeführt.



4.2. Die in die Reagenzgläser 50 mm hoch einzufüllende Probe ist während des Einfüllens leicht zu schütteln, damit sich keine kompakte Masse bildet.

4.3. Der Streifen Kongorotpapier wird an einem Ende zusammengefasst oder gerollt und in das untere Ende des in dem Korkstopfen befindlichen Glasrohres eingesteckt. Der Korkstopfen wird dann in das Reagenzglas eingesetzt und das Glasrohr in der Höhe so eingestellt, daß die Unterkante des Kongorotpapier-Streifens sich 25 mm über der Oberfläche der Probe befindet.

4.4. Die Reagenzgläser werden dann in das auf Prüftemperatur (siehe Abschnitt 1.3) befindliche Heizbad so tief eingetaucht, daß die obere Fläche der eingefüllten Probe mit der Oberfläche des Heizbades abschließt. Gemessen wird die Zeitdauer vom Eintauchen bis zum Farbumschlag des Kongorotpapiers von rot nach blau. Weichen die Einzelwerte der Messungen um mehr als 10 % vom Mittelwert ab, so sind die Messungen zu wiederholen.

4.5. Unter Umständen, z. B. bei Verwendung bestimmter Stabilisatoren, geht der Farbumschlag nur langsam oder nicht deutlich vor sich. In diesem Fall ist die Zeitdauer bis zum ersten Farbumschlag von rot nach violett und außerdem die Zeitdauer bis zum anhaltenden Farbumschlag von violett nach blau zu messen.

5. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art, Form und Bezeichnung des untersuchten Erzeugnisses (gegebenenfalls die Zusammensetzung der Mischung und die thermische Behandlung bei der Herstellung der Proben)

Form und Herstelldatum der geprüften Proben

Prüftemperatur

Zeitdauer bis zum Farbumschlag des Kongorotpapiers von rot in blau (nach Abschnitt 4.4), gegebenenfalls (siehe Abschnitt 4.5) bis zum Farbumschlag von rot in violett und von violett in blau, in Minuten auf ganze Minuten gerundet

Einzelwerte

Mittelwert

Prüfdatum.

Hinweise auf weitere Normen

DIN 53 381 Blatt 2 Prüfung von Kunststoffen. Bestimmung der thermischen Stabilität von Polymerisaten und Mischpolymerisaten des Vinylchlorids sowie ihrer Mischungen. Verfärbungs-Verfahren

DIN 53 381 Blatt 3 —, — und Copolymerisaten des Vinylchlorids sowie ihrer Mischungen. pH-Meßverfahren