

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

DIN
53 381
Blatt 3

Testing plastics; determination of the thermal stability of polyvinyl chloride and related copolymers and their compounds, pH method

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

Maße in mm

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 Verfärbung und anderen Zersetzungserscheinungen verläuft.

Die Prüfung nach dieser Norm gestattet eine Aussage sowohl über den Beginn der thermischen Zersetzung, die zur Chlorwasserstoffabspaltung führt, als auch über einen Teil des weiteren Verlaufes.

1.2. Zur Beurteilung der thermischen Stabilität wird nach dieser Norm die Zeitdauer bestimmt, nach welcher der sich durch Erwärmung abspaltende Chlorwasserstoff eine bestimmte pH-Änderung in einer pH-Meßanordnung hervorruft. Der sich abspaltende Chlorwasserstoff wird hierzu mit Hilfe eines bestimmten Gasstromes (siehe Anmerkung) in die mit 0,1 n Kaliumchloridlösung gefüllte Meßanordnung übergeleitet. Die Änderung des pH-Wertes wird an einem pH-Meßgerät abgelesen oder durch ein Schreibgerät registriert.

Anmerkung: Sind oxydative Einflüsse beim Verarbeiten möglich (z. B. beim Walzen, Kalandrieren), so ist Luft das geeignete Gasmedium. Sind oxydative Einflüsse beim Verarbeiten weitgehend ausgeschlossen (z. B. beim Extrudieren und Spritzgießen), so ist ein inertes Gas (z. B. Stickstoff) zu empfehlen.

1.3. Die anzuwendende Temperatur ist abhängig von der Art des Erzeugnisses (z. B. Suspensionspolymerisat, Emulsionspolymerisat, Verwendung von Weichmachern, Stabilisatoren usw.) und von den Verarbeitungsbedingungen (Temperatur, oxydative Einflüsse). Sie muß deshalb von Fall zu Fall vereinbart oder in Technischen Lieferbedingungen festgelegt werden.

1) In ISO/R 182-1970 sind Reagenzgläser von 17 mm Außendurchmesser angegeben.

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 Abschnitt 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 5 bis 6 mm² geschnitten.

2.4. Ist das zu prüfende Erzeugnis eine Paste (Plastisol), 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 5 bis 6 mm² geschnitten.

3. Prüfgerät

3.1. Prüfeinrichtung (siehe Bild 1, Seite 2), bestehend aus folgenden Teilen:

3.1.1. Reagenzglas mit abgeplattetem Boden, einem Außendurchmesser von 16 bis 18 mm¹⁾, einer Wanddicke von etwa 0,4 mm und einer Länge von mindestens 150 mm mit doppelt durchbohrtem Gummistopfen für die beiden Glasrohre nach Abschnitt 3.1.2.

3.1.2. Gebogenen Glasrohren für die Gaszufuhr (Anschluß am Gerät nach Abschnitt 3.1.6) und Gasabfuhr (Anschluß an Meßzelle nach Abschnitt 3.1.4).

3.1.3. Heizbad: Ölbad für einen Temperaturbereich von 120 bis 210 °C, mit einer Temperaturregelung auf ± 1 °C (siehe Abschnitt 1.3) mit einer Rührvorrichtung, einer Einrichtung, um eine passende Anzahl von Reagenzgläsern (nach Abschnitt 3.1.1) 50 mm tief in das Ölbad eingetaucht zu haben, 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 hin abgeschirmt (siehe Bild).

Andere Heizbäder als Ölbad sind zugelassen, wenn die mit ihnen erzielten Prüfergebnisse mit den im angegebenen Ölbad erzielten Prüfergebnissen übereinstimmen.

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 3

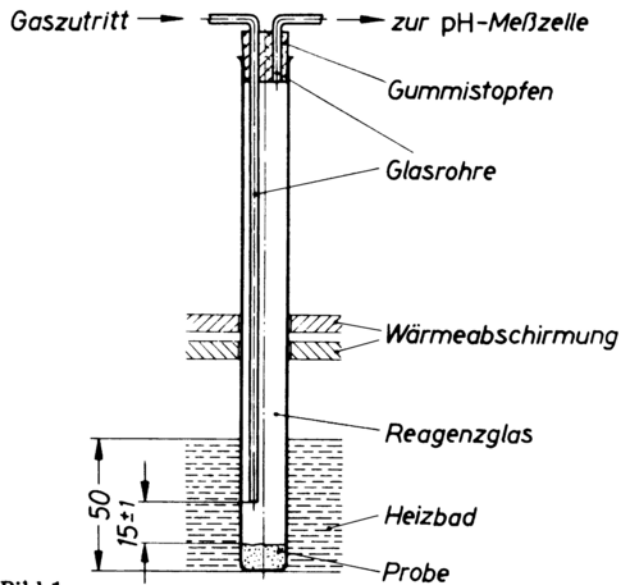


Bild 1

3.1.4. pH-Meßanordnung (siehe Bild 2) von 50 mm Durchmesser mit Glas- und Kalomelektrode, gefüllt mit 60 cm³ 0,1 n Kaliumchloridlösung, die auf pH = 6,0 eingestellt ist.

3.1.5. pH-Meßgerät oder pH-Registriergerät

3.1.6. Gerät zum Einstellen eines trockenen und CO₂-freien Gasstromes von 6,0 l/h.

Anmerkung: Wenn möglich soll die Kaliumchloridlösung (siehe Abschnitt 3.1.4) und der Gasstrom (siehe Abschnitt 3.1.6) auf gleichbleibender Temperatur gehalten werden, z. B. 23 °C ± 1 °C. Die Temperatur ist im Prüfbericht anzugeben.

3.2. Stoppuhr.

3.3. Waage mit einer Meßfehlergrenze von ± 10 mg.

4. Durchführung

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

4.2. 1,0 g der zerkleinerten Probe wird in ein Reagenzglas gegeben, das mit dem Gummistopfen verschlossen wird (siehe Bild 1). Die Probe ist beim Einfüllen in das Reagenzglas leicht zu schütteln, damit sich keine kompakte Masse bildet. Die durch den Stopfen hindurchgeführten beiden Glasrohre werden mit der Gaszufuhr und nachdem mindestens eine Minute lang das Gas hindurchgeleitet

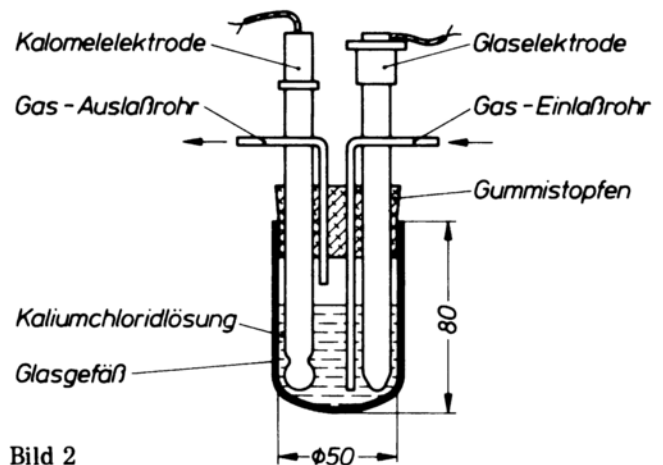


Bild 2

worden ist, mit der pH-Meßanordnung (siehe Bild 2) verbunden. Dann wird diese an das pH-Meßgerät angeschlossen. Nach Einstellen eines Gasstromes von 6,0 l/h wird das Reagenzglas 50 mm tief in das auf Prüftemperatur befindliche Ölbad getaucht. Es wird die Zeitdauer in Minuten vom Eintauchen bis zum Erreichen des pH-Wertes 3,9 ± 0,1 bestimmt. Liegen die Einzelwerte der Messungen um mehr als 10 % vom Mittelwert entfernt, so sind die Messungen zu wiederholen.

Die Zeitabstände der pH-Messungen sind auf das Zerungsverhalten der Probe abzustimmen. Zweckmäßig wird ein Diagramm aufgenommen, in welches die gemessenen pH-Werte in Abhängigkeit von der Zeitdauer eingetragen werden.

5. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art, Form und Bezeichnung des Kunststoff-Erzeugnisses (gegebenenfalls die Zusammensetzung der Mischung und die thermische Behandlung bei der Herstellung der Proben)
Form und Herstellungsdatum der geprüften Proben

Art des Gasmediums

Prüftemperatur

Temperatur der Kaliumchloridlösung und des Gasstromes
Zeitdauer in Minuten, auf ganze Minuten gerundet, bis zum Erreichen des pH-Wertes 3,9

Einzelwerte

Mittelwert

Prüfdatum.