

## Prüfung von Kunststoffen

## Bestimmung des Gewichtsverlustes von weichmacherhaltigen Kunststoffen nach dem Aktivkohle-Verfahren

**DIN**  
**53 407**

Testing plastics. Determination of loss in weight of plasticized plastics by the activated carbon method

Zusammenhang mit der von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Empfehlung ISO/R 176-1961 siehe Erläuterungen.

**1. Zweck und Anwendung**

**1.1.** Die Prüfung nach dieser Norm dient der Bestimmung der bei höheren Temperaturen auftretenden Gewichtsverluste an Weichmachern. Darüber hinaus dient sie ganz allgemein zur quantitativen Bestimmung des Gewichtsverlustes an solchen Bestandteilen in Kunststoffen (auch Lackrohstoffen und Lackfilmen), die vor allem oberhalb der Raumtemperatur eine merkliche Flüchtigkeit zeigen.

**1.2.** Das Prüfverfahren ist empirischer Natur und eignet sich nur für einen schnellen Vergleich der Gewichtsverluste oder allgemein der Verluste an flüchtigen Anteilen verschiedener Kunststoffe. Dieser Vergleich ist nur bei Probekörpern gleicher Form und Dicke möglich.

**1.3.** Das Prüfverfahren kann auch zum Vergleich der Flüchtigkeit verschiedener Weichmacher oder Weichmacher-Mischungen in einem Kunststoff herangezogen werden. Hierzu sind Standard-Mischungen aus einem definierten Kunststoff mit definiertem Weichmachergehalt herzustellen.

**2. Kurzbeschreibung des Verfahrens**

Die Prüfung wird durch Lagern von Probekörpern in Aktivkohle unter den in Abschnitt 5.2 angegebenen Temperatur- und Zeitbedingungen durchgeführt. Die Probekörper können in der Aktivkohle wahlweise unmittelbar (Verfahren A) oder in Käfigen aus Drahtsiebboden, die einen direkten Kontakt der Probekörper mit der Aktivkohle verhindern (Verfahren B), gelagert werden. Für Probekörper mit niedriger Fließtemperatur ist Verfahren A vorzuziehen. Bestimmt wird die durch die Lagerung in Aktivkohle eingetretene Gewichtsänderung der Probekörper in %.

**3. Probekörper**

**3.1.** Als Probekörper dienen Rundscheiben von 50 mm  $\pm 1$  mm Durchmesser und 1 mm  $\pm 0,1$  mm Dicke.

*Anmerkung: Probekörper abweichender Form und Dicke können nach Vereinbarung verwendet werden. Ein Vergleich der Prüfergebnisse ist jedoch nur bei Probekörpern gleicher Form und Dicke möglich.*

*Sofern der zu prüfende Werkstoff als Granulat oder pulverförmige Masse vorliegt, sind die Probekörper durch geeignete Verarbeitungsverfahren (z. B. Pressen, Kalandrieren, Extrudieren) herzustellen.*

**3.2.** Aus Trägern mit Deckschicht werden Probekörper in der Dicke des Erzeugnisses ausgeschnitten.

**3.3.** Wenn der Gewichtsverlust für einen gegebenen Weichmacher bestimmt werden soll, ist eine Standard-Mischung herzustellen, die zwischen Lieferer und Abnehmer zu vereinbaren ist.

**3.4.** Von jeder Probe werden mindestens 3 Probekörper geprüft.

**4. Prüfgerät und Prüfmittel**

**4.1.** Waage mit einer Fehlergrenze von  $\pm 0,001$  g.

**4.2.** Dickenmeßgerät<sup>1)</sup> mit einer Fehlergrenze von  $\pm 0,01$  mm.

**4.3.** Wärmeschrank nach DIN 50 011 Blatt 1 oder Heizbad, Temperaturbereich 50 bis 150 °C, auf die Prüftemperatur  $\pm 2,5$  °C einstellbar.

**4.4.** Rundbehälter aus Metall, Durchmesser 100 mm, Höhe 120 mm, mit Deckel und Luftdurchlaß von etwa 3 mm Durchmesser, z. B. im Deckel.

**4.5.** Käfige aus Drahtsiebboden 0,5 nach DIN 4188 Blatt 1 aus Bronze, Durchmesser 60 mm, Höhe 6 mm, mit Deckel aus dem gleichen Drahtsiebboden<sup>2)</sup>.

**4.6.** Aktivkohle definierter Art<sup>3)</sup>, Korngröße 2 bis 4 mm staubfrei. Die Kohle ist vor Gebrauch zu sieben, bei 70 °C, möglichst im Vakuum, bis zur angenäherten Gewichtskonstanz zu trocknen und luftdicht aufzubewahren. Für jede Prüfung wird frische Kohle benötigt.

**5. Durchführung****5.1. Vor- und Nachbehandlung der Probekörper**

Die Probekörper nach Abschnitt 3 werden vor und nach der Prüfung nach Abschnitt 5.3 oder Abschnitt 5.4 jeweils 24 Stunden lang bei Normalklima 23/50 DIN 50 014<sup>4)</sup> gelagert.

<sup>1)</sup> Meßgerät sinngemäß nach DIN 53 370.

<sup>2)</sup> Herstellung: 6 mm breite Streifen Drahtsiebboden werden im rechten Winkel an kreisrunde Ausschnitte von 60 mm Durchmesser angelötet. Ein zweiter Ausschnitt dient als Deckel.

<sup>3)</sup> Über Bezugsquellen erteilt der Fachnormenausschuß Kunststoffe im DNA, 1 Berlin 30, Burggrafenstraße 4-7, Auskunft.

<sup>4)</sup> Aber mit einer zulässigen Abweichung der relativen Luftfeuchte von  $\pm 5\%$ . Ein solches Klima besteht z. B. über einer gesättigten, reichlich Bodenkörper enthaltenden Calciumnitrat-Lösung.

Fortsetzung Seite 2  
Erläuterungen Seite 2

Fachnormenausschuß Kunststoffe (FNK) im Deutschen Normenausschuß (DNA)  
Fachnormenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe im DNA  
Fachnormenausschuß Materialprüfung im DNA

## 5.2. Prüfzeit und Prüftemperatur

Die Prüfzeit, das ist die Zeit, in der die Probekörper einer erhöhten Temperatur in der Aktivkohle ausgesetzt werden, beträgt in der Regel 24 Stunden. Die Prüftemperatur beträgt bei beiden Verfahren  $(90 \pm 2,5)^\circ\text{C}$ . Andere Prüfzeiten und Prüftemperaturen können, ebenso wie die Wahl eines der beiden Prüfverfahren, vereinbart werden.

## 5.3. Verfahren A: Prüfung in direktem Kontakt mit der Aktivkohle

Auf dem Boden eines Rundbehälters nach Abschnitt 4.4 werden  $120\text{ cm}^3$  Aktivkohle in gleichmäßiger Schichtdicke verteilt. Auf diese Schicht wird zentrisch ein nach Abschnitt 5.1 vorbehandelter und auf  $0,001\text{ g}$  gewogener Probekörper gelegt und mit einer weiteren Schicht von  $120\text{ cm}^3$  Aktivkohle abgedeckt. Diese Deckschicht dient als Bodenschicht für einen zweiten Probekörper. Insgesamt drei Probekörper werden in dieser Weise übereinandergeschichtet. Den Abschluß bildet eine Deckschicht aus  $120\text{ cm}^3$  Aktivkohle. Der Rundbehälter wird mit dem Deckel abgedeckt.

*Anmerkung:* Um eine Wanderung von Weichmachern oder anderen flüchtigen Stoffanteilen zwischen den einzelnen Probekörpern auszuschließen, sollen in einem Rundbehälter nur Probekörper der gleichen Zusammensetzung geprüft werden.

Die so hergestellte Prüfanordnung wird 24 Stunden lang in einem Wärmeschrank oder Heizbad nach Abschnitt 4.3 bei einer Temperatur von  $(90 \pm 2,5)^\circ\text{C}$  gelagert. Nach anschließendem Abkühlen auf Raumtemperatur werden die Probekörper aus dem Behälter genommen, sorgfältig mit einem Pinsel von anhängenden Kohleteilchen befreit, nach Abschnitt 5.1 gelagert und dann auf  $0,001\text{ g}$  gewogen.

## 5.4. Verfahren B: Prüfung ohne direkten Kontakt mit der Aktivkohle (Käfigverfahren)

Prüfanordnung und Durchführung der Prüfung entsprechend Abschnitt 5.3, jedoch mit dem Unterschied, daß jeder Probekörper durch Einlegen in einen Käfig nach Abschnitt 4.5 vor direkter Berührung mit der Aktivkohle geschützt und die Prüfanordnung bei einer Temperatur von  $(90 \pm 2,5)^\circ\text{C}$  im Wärmeschrank oder Heizbad nach Abschnitt 4.3 gelagert wird.

## 6. Auswertung

6.1. Die Gewichtsänderung  $\Delta m$  jedes Probekörpers in  $\%$  wird berechnet nach der Gleichung:

$$\Delta m = \frac{m - m'}{m} \cdot 100$$

Hierin ist:

$m$  Gewicht des Probekörpers vor der Prüfung, nach Behandlung nach Abschnitt 5.1

$m'$  Gewicht des Probekörpers nach der Prüfung, nach Behandlung nach Abschnitt 5.1

6.2. Wenn angenommen werden kann, daß der Feuchtigkeitsgehalt nach der Nachbehandlung demjenigen nach der Vorbehandlung nach Abschnitt 5.1 entspricht, kann der Feuchtigkeitseinfluß auf die nach dieser Norm bestimmten Gewichtsänderungen als vernachlässigbar betrachtet werden.

## 7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Kennzeichnung des untersuchten Erzeugnisses und Herstellungsweise der Probekörper

Dicke der Probekörper auf  $0,01\text{ mm}$

Gewicht der Probekörper vor der Prüfung in  $\text{g}$  von dieser Norm abweichende Bedingungen

Gewichtsänderung der Probekörper in  $\text{mg}$  mit Angabe, ob nach Verfahren A oder B geprüft wurde

Einzelwerte

Gewichtsänderung der Probekörper in  $\%$  nach Abschnitt 6.1 mit Angabe, ob nach Verfahren A oder B geprüft wurde

Einzelwerte

Mittelwert

Änderungen im Aussehen der Probekörper

Prüfdatum

## Erläuterungen

Die vorliegende Norm stimmt sachlich überein mit der ISO-Empfehlung ISO/R 176-1961 „Determination of the loss of plasticizers by the activated carbon method“ — „Method d'essai pour la détermination des pertes des matières plastiques en plastifiants par la méthode au charbon actif“ — „Bestimmung des Weichmacherverlustes aus Kunststoffen nach dem Aktivkohleverfahren“. Nach diesem Verfahren wird der Gewichtsverlust an Weichmachern aus weichmacherhaltigen Kunststoffen unter Benutzung von Aktivkohle bestimmt. Durch die Verwendung der Aktivkohle wird dafür gesorgt, daß die Weichmacherdampfkonzentration jeweils ein Minimum ist und deshalb Fehlmessungen des Gewichtsverlustes an Weichmachern durch Anreicherungen im Luftraum verhindert werden.

Das Verfahren kann zur vergleichenden Bestimmung der Flüchtigkeit verschiedener Weichmacher benutzt werden, wenn die Probekörper aus dem jeweils gleichen Kunststoff unter Änderung der Weichmacher hergestellt werden. Das Verfahren kann aber auch zur Bestimmung leicht flüchtiger Anteile an Kunststoff-Folien und gegebenenfalls zur Bestimmung des Bindevermögens von Weichmachern an einem bestimmten Kunststoff benutzt werden. Man sollte aber nicht übersehen, daß es sich um ein Verfahren für praktische Bedürfnisse und nicht für wissenschaftliche Zwecke handelt.