

Prüfung von Kunststoffen
**Bestimmung der Weichmacheraufnahme von
 Vinylchlorid(VC)-Polymerisaten bei Raumtemperatur**
 Volumetrisches Verfahren

DIN
53 417
 Teil 2

Testing of plastics; determination of plasticizer sorption of polymerisates of vinyl chloride (VC) at ambient temperature; volumetric method

1 Zweck und Anwendung

Die Prüfung nach dieser Norm dient der Bestimmung der Menge Weichmacher, die von einem VC-Polymerisat für allgemeine Anwendungszwecke bei einer Temperatur von 23°C aufgenommen wird. Die Weichmacheraufnahme ist abhängig von der Porosität der Polymerisat-Körner.

Die Kenntnis der Weichmacheraufnahme ist für die Beurteilung der Eignung eines Vinylchlorid-Polymerisates zur Herstellung von pulverförmigen, weichmacherhaltigen Polyvinylchlorid(PVC) ¹⁾-Formmassen von Bedeutung.

2 Mitgeltende Normen

DIN 53 205 Prüfung von Pigmenten; Probenahme

3 Begriff

Die Weichmacheraufnahme in ml/g ist das Volumen Di-2-äthylhexylphthalat (DOP) ²⁾ in ml, das unter den in dieser Norm angegebenen Bedingungen von 1 g VC-Polymerisat bei einer Temperatur von 23 °C aufgenommen wird.

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Auf die mit DOP getränkte Fritte des Gerätes wird die Probe gegeben. Das von der Probe aufgesaugte DOP wird mit Hilfe der Meßkapillare ermittelt.

5 Probenahme

Aus dem zu prüfenden VC-Polymerisat wird entsprechend den Angaben in DIN 53 205 eine Durchschnittsprobe von etwa 20 g entnommen.

6 Anzahl der Bestimmungen

Es sind mindestens zwei Bestimmungen durchzuführen.

7 Prüfgeräte und Prüfmittel ³⁾

7.1 Prüfgeräte

Waage mit einer Fehlergrenze von ± 1 mg

Umwälzthermostat mit Wasser als Temperierflüssigkeit für eine Temperatur von $(23 \pm 0,5)$ °C

Gerät aus Glas (siehe Bild) mit Filterplatte der Porenweite 40 bis 100 μ m

Schliffthermometer für Temperaturen von 0 bis 150 °C mit einer Skalenteilung von 0,5 K

und

Meßkapillare mit einer Skalenteilung von 0,01 ml

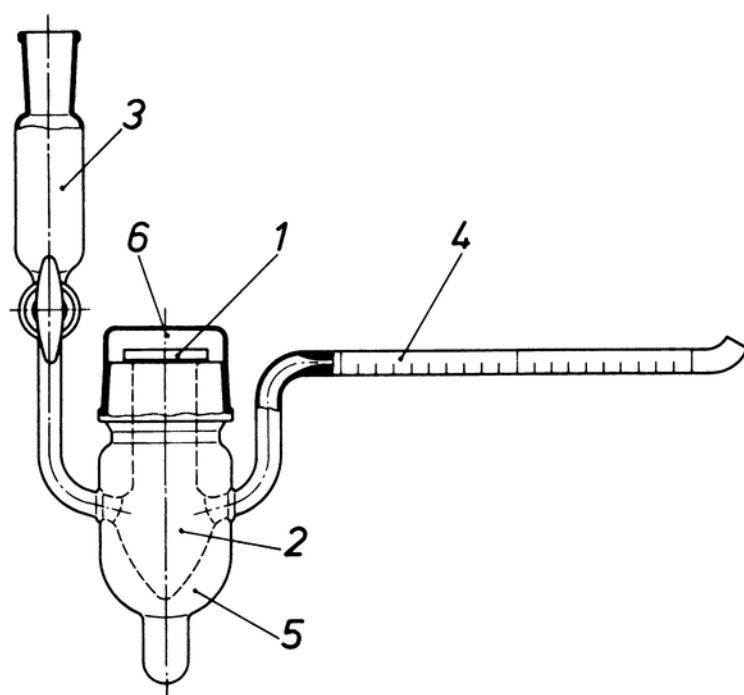
¹⁾ Kurzzeichen PVC siehe DIN 7728 Teil 1

²⁾ Kurzzeichen DOP siehe DIN 7723

³⁾ Über Bezugsquellen erteilt der Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN, Burggrafenstraße 4-10, 1000 Berlin 30, Auskunft.

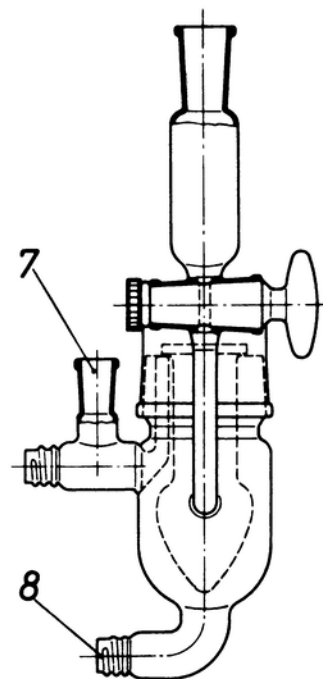
Fortsetzung Seite 2
 Erläuterungen Seite 3

Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
 Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im DIN



Vorderansicht

- 1 Filterplatte
- 2 Innengefäß
- 3 Vorratsgefäß für DOP
- 4 Meßkapillare



Seitenansicht

- 5 Temperiermantel
- 6 Glaskappe
- 7 Schliff für Thermometer
- 8 Anschluß für den Umwälzthermostaten

Bild. Gerät für die Bestimmung der Weichmacheraufnahme

7.2 Prüfmittel

Weichmacher Di-2-äthylhexylphthalat (DOP) mit folgenden Eigenschaften bei 20 °C:

Dichte ρ	0,982 bis 0,984 g/cm ³
Brechzahl n_D	1,486 bis 1,487
Dynamische Viskosität η	77 bis 83 mPa · s

8 Durchführung

Das Gerät (siehe Bild) wird an einem Laborstativ mit einer Klemmenmuffe befestigt und sein Temperiermantel an den Umwälzthermostaten angeschlossen. Anschließend wird die Filterplatte (Fritte D 2) (1) auf den waagerechten geschliffenen Geräterand gelegt. Das nunmehr auf $(23 \pm 0,5)$ °C temperierte Innengefäß (2) des Gerätes wird mit dem Weichmacher DOP aus dem Vorratsgefäß (3) vollständig gefüllt. Hierbei ist zu beachten, daß sich die Filterplatte (1) mit DOP vollsaugt und sich unterhalb derselben keine Luftblasen befinden. Durch Betupfen der Oberseite der Filterplatte mit Filtrierpapier wird der Meniskus des Weichmachers in der Meßkapillare (4) in den waagerechten, graduierten Teil dieser Kapillare gebracht.

Nun werden 50 bis 100 mg der Probe auf ± 1 mg gewogen (m), anschließend auf die Filterplatte (1) gegeben und auf dieser gleichmäßig verteilt. Gleich nach der Eingabe der Probe in das Gerät beginnt der Stand des Weichmachers DOP in der Meßkapillare (4) sich zu ändern. Nach Stillstand des Meniskus des Weichmachers, etwa nach 3 Minuten, wird seine Position abgelesen. Die Differenz dieser Position V_1 und der Ausgangsposition V_0 des

Meniskus des Weichmachers entspricht dem Volumen des von der Probe aufgenommenen Weichmachers.

9 Auswertung

Die Weichmacheraufnahme $WA(23)$ in ml/g wird berechnet nach folgender Zahlenwertgleichung:

$$WA(23) = \frac{V_1 - V_0}{m}$$

Hierin bedeuten:

V_0 Stand des Weichmachers DOP in der Meßkapillare des Meßgerätes vor der Prüfung (ohne Probe) in ml

V_1 Stand des Weichmachers DOP in der Meßkapillare des Meßgerätes nach der Prüfung (mit der Probe) in ml

m Einwaage in g

Variationskoeffizient: maximal 4%

10 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

- Art und Bezeichnung des VC-Polymerisates
- Weichmacheraufnahme $WA(23)$ in ml/g
- Einzelwerte
- Mittelwert
- Von dieser Norm abweichende, vereinbarte Bedingungen
- Prüfdatum.