

Prüfung von Kunststoffen, Kautschuk und Elastomeren

Bestimmung des Chlorgehaltes
(Aufschluß nach Wickbold)

DIN
53474

ICS 83.060; 83.080.01

Deskriptoren: Kunststoff, Kautschuk, Elastomer, Prüfung, Chlorgehalt

Testing of plastics, rubber and elastomers —
Determination of the chlorine content (Wickbold-Combustion)

Mit
DIN EN ISO 1158 : 1998-06
Ersatz für
Ausgabe 1991-09

Inhalt

	Seite
Vorwort	1
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	2
3 Kurzbeschreibung des Aufschluß- und Bestimmungsverfahrens	2
4 Probenahme und Probevorbereitung	3
5 Anzahl der Bestimmungen	3
6 Aufschluß nach Wickbold	3
7 Bestimmungsverfahren	4
8 Blindversuch	5
9 Verfahrensprüfung	5
10 Prüfbericht	5

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom FNK-AA 303.2 „PVC-Formmassen“ ausgearbeitet.

In DIN EN ISO 1158 : 1998-06 sind die Bestimmungsverfahren nach Wurzschmitt und Schöniger enthalten. Ergänzend weist vorliegende Norm das Verfahren nach Wickbold auf.

In dieser Norm bedeutet %, soweit nicht anders angegeben, Massenanteile in Prozent.

Als Reagenzien sind Reagenzien des Reinheitsgrades „zur Analyse“ und als Wasser destilliertes Wasser oder Wasser gleicher Reinheit zu verwenden.

Lösungen ohne Angabe des Lösemittels sind Lösungen in destilliertem Wasser oder Wasser gleicher Reinheit.

Volumenmessungen sind bei der Kalibriertemperatur des Meßkolbens (im allgemeinen bei 20 °C) und die Bestimmung der Dichte von Lösungen bei 20 °C vorzunehmen.

Änderungen

Gegenüber der Ausgabe September 1991 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Die Aufschlußverfahren nach Wurzschmitt und Schöniger entfallen, das Aufschlußverfahren nach Wickbold wurde übernommen.

Frühere Ausgaben

DIN 53474: 1961-04, 1973-01, 1976-08, 1991-09

Fortsetzung Seite 2 bis 5

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

Normenausschuß Kautschuktechnik (FAKAU) im DIN

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN

1 Anwendungsbereich

Die in dieser Norm angegebenen Verfahren dienen zur Bestimmung des Chlorgehaltes (% Cl) in Kunststoffen, Kautschuk, Kautschukmischungen, Hartgummi, Regenerat und Elastomeren. Die Halogene Brom und Jod werden, falls vorhanden, miterfaßt. Die Anwesenheit von Fluor stört nicht.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

- DIN 12331
Laborgeräte aus Glas — Becher
- DIN 12380
Laborgeräte aus Glas — Erlenmeyerkolben, enghalsig
- DIN 12700-6
Laborgeräte aus Glas — Büretten, Mikrobüretten
- DIN 38405-1
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung, Anionen (Gruppe D), Bestimmung der Chlorid-Ionen (D 1)
- DIN 51750-1
Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Allgemeines
- DIN 53125
Prüfung von Papier und Pappe — Bestimmung des Chloridgehaltes in wäßrigen Extrakten
- DIN 53525-1
Prüfung von Kautschuk und Elastomeren — Probenahme und Probenvorbereitung von Rohkautschuken — Probenahme
- DIN 53525-2
Prüfung von Kautschuk — Probenahme und Probenvorbereitung von Rohkautschuken — Allgemeine Grundsätze für die Probenvorbereitung
- DIN 53525-3
Prüfung von Kautschuk — Probenahme und Probenvorbereitung von Rohkautschuken — Probenvorbereitung von Naturkautschuk (NR)

- DIN 53525-4
Prüfung von Kautschuk — Probenahme und Probenvorbereitung von Rohkautschuken — Probenvorbereitung von Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR)
- DIN 53551
Prüfung von Gummi und Hartgummi — Probenahme und Probenvorbereitung für chemische Prüfungen
- DIN 53733
Prüfung von Kunststoffen — Zerkleinerung von Kunststoffzerzeugnissen für Prüfzwecke
- DIN EN 170
Persönlicher Augenschutz — Ultraviolettfilter — Transmissionsanforderungen und empfohlene Verwendung
- DIN EN ISO 1158
Kunststoffe — Vinylchloridhomopolymere und Copolymere — Bestimmung des Chlorgehaltes (ISO 1158 : 1998); Deutsche Fassung EN ISO 1158 : 1998
- F. Ehrenberger, S. Gorbach:
Methoden der organischen Elementar- und Spurenanalyse, Verlag Chemie, Weinheim
- ZH 1/119 „Richtlinien für Laboratorien“¹⁾
- VBG 62 : 1993, (Abschnitt 28) „Sauerstoff“¹⁾
- Merkblatt M 009, 7/84 „Wasserstoffperoxid“ der BG Chemie²⁾
- Merkblatt M 034, 10/88 „Umgang mit Sauerstoff“ der BG Chemie²⁾
- Merkblatt M 036 der BG „Chemie“²⁾
- Merkblätter „Gefährliche Arbeitsstoffe“, Kühn-Birett³⁾
- Übliche Vorschriften und Richtlinien für Gasversorgungseinrichtungen, insbesondere Umgang mit Wasserstoff

3 Kurzbeschreibung des Aufschluß- und Bestimmungsverfahrens

3.1 Aufschlußverfahren

Bei dem Aufschlußverfahren nach Wickbold wird die Probe durch Verbrennen in einer Verbrennungsapparatur in Sauerstoffatmosphäre aufgeschlossen. Die Verbrennungsgase werden in einer Knallgasflamme nachverbrannt und in Natronlauge absorbiert.

3.2 Bestimmungsverfahren

Es existieren zwei Bestimmungsverfahren. Die Auswahl richtet sich nach Tabelle 1. Aus Gründen der Genauigkeit ist die potentiometrische Titration (3.2.1) generell der Titration nach Volhard (3.2.2) vorzuziehen.

Tabelle 1

Chlorgehalt als Massenanteil in %	Einwaage g	Bestimmung	Abschnitt
< 1	1 bis 10	Potentiometrische Titration	7.1
1 bis 10	0,05 bis 1	Potentiometrische Titration oder Titration nach Volhard	7.1 7.2
> 10	0,02 bis 0,05	Potentiometrische Titration oder Titration nach Volhard	7.1 7.2

¹⁾ Zu beziehen durch: Jedermann-Verlag, Postfach 10 31 40, 69021 Heidelberg

²⁾ Zu beziehen durch: Carl Heymanns Verlag KG, Luxemburger Straße 449, 50939 Köln

³⁾ Zu beziehen durch: Ecomed-Verlagsges.mBh, Justus-von-Liebig-Straße 1, 86899 Landsberg

