

Prüfung von Kautschuk, Elastomeren und Kunststoffen
Bestimmung des Glührückstandes
 nach Säure-Behandlung der Probe (Sulfatasche)

DIN
53 568
 Teil 2

Testing of rubber, elastomers and plastics; determination of residue on ignition after pretreatment of the sample with sulphuric acid

Essai du caoutchouc, des élastomères et des matières plastiques; détermination du résidu de calcination après traitement par l'acide sulfurique (cendres sulfatées)

Zusammenhang mit der von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen internationalen Norm ISO 247, siehe Erläuterungen.

1 Zweck und Anwendungsbereich

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung des Glührückstandes von Kautschuk, Kautschukmischungen, Elastomeren und Kunststoffen nach Vorbehandlung mit Schwefelsäure. Es ist für halogenhaltige Erzeugnisse vorzuziehen, bei denen eine Bestimmung des Glührückstandes nach Teil 1 dieser Norm nicht möglich ist. Das Prüfverfahren ist in der Regel nicht geeignet als Probenvorbereitung für die quantitative Bestimmung von Metallen in halogenhaltigen Erzeugnissen.

Der Glührückstand besteht aus anorganischen Substanzen. Diese Substanzen liegen im allgemeinen im Glührückstand nicht mehr in ihrer ursprünglichen Form vor, sondern können sich durch die Behandlung mit Schwefelsäure und unter den Glühbedingungen verändert haben.

Das Prüfverfahren nach dieser Norm ist nicht für Silicone und fluorhaltige Polymere anwendbar. Für Silicone ist DIN 53 587 anzuwenden. Für fluorhaltige Verbindungen gibt es z. Z. kein genormtes Verfahren.

2 Mitgeltende Normen

- | | |
|-------------------|---|
| DIN 53 525 Teil 1 | Prüfung von Kautschuk; Probenahme und Probenvorbereitung von Rohkautschuken; Probenahme aus Rohkautschukballen |
| DIN 53 525 Teil 2 | Prüfung von Kautschuk; Probenahme und Probenvorbereitung von Rohkautschuken; Allgemeine Grundsätze für die Probenvorbereitung |
| DIN 53 551 | Prüfung von Gummi und Hartgummi; Probenahme und Probenvorbereitung für chemische Prüfungen |
| DIN 53 733 | Prüfung von Kunststoffen; Zerkleinerung von Kunststoffserzeugnissen für Prüfzwecke |

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Probe wird mit konzentrierter Schwefelsäure befeuchtet und vorsichtig verascht, so daß sich Bestandteile, die flüchtige Chloride bilden, in nichtflüchtige Sulfate umwandeln. Anschließend wird bei $(950 \pm 50)^\circ\text{C}$ geglüht, bis aller Kohlenstoff verbrannt ist.

4 Prüfgerät und Prüfmittel

4.1 Prüfgerät

Schalen aus Kieselglas oder Porzellan, Nennvolumen: 50 bis 100 cm³.

Anmerkung: Falls anschließend Bestandteile des Glührückstandes quantitativ bestimmt werden sollen, sind Schalen aus Kieselglas erforderlich.

Bunsenbrenner, Dreifuß, Asbestplatte, etwa 5 mm dick, 100 bis 150 mm breit und lang, mit Loch zur Aufnahme der Schalen. $\frac{2}{3}$ der Schale sollen sich unterhalb der Asbestplatte befinden.

Glühofen für eine Temperatur von $(950 \pm 50)^\circ\text{C}$.

Waage mit Fehlergrenzen von $\pm 0,0002$ g.

Exsikkator, mit einem Trocknungsmittel, z. B. Silikagel (Blaugel).

4.2 Prüfmittel

Schwefelsäure, konzentriert, zur Analyse (Dichte 1,84 g/cm³).

5 Probenahme und Probenvorbereitung

Es wird eine Durchschnittsprobe und daraus nach Homogenisieren die Laboratoriumsprobe entnommen, wobei für Kautschuk nach DIN 53 525 Teil 1 und Teil 2 für Kautschukmischungen und Elastomere in Anlehnung an DIN 53 551 verfahren wird.

Die Laboratoriumsprobe wird zerkleinert, beispielsweise auf einem Walzwerk bei engstem Spalt zu einem dünnen, möglichst krümeligen Fell ausgezogen und/oder fein geschnitten (Teilchengröße max. 1 mm).

Für Kunststoffe gilt DIN 53 733.

6 Anzahl der Bestimmungen

Es sind mindestens drei Bestimmungen durchzuführen.

7 Durchführung

7.1 Die leere Schale wird etwa 10 Minuten im Glühofen bei $(950 \pm 50)^\circ\text{C}$ geglüht, im Exsikkator auf Raumtempe-

Fortsetzung Seite 2
 Erläuterungen Seite 2

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

ratur abgekühlt und auf 0,0002 g gewogen. Neue Tiegel erfordern zur Erreichung eines konstanten Gewichts häufig eine längere Glühzeit.

7.2 Die Probe wird in die vorgeglühte und gewogene Schale auf 0,0002 g eingewogen. Die Probeneinwaage (etwa 1 bis 5 g) soll so bemessen werden, daß nicht weniger als 0,02 g und nicht mehr als 0,5 g Glührückstand verbleiben.

Anmerkung: Bei sehr voluminösen Proben empfiehlt es sich, vor der Einwaage Preßlinge herzustellen und diese anschließend zu zerbrechen oder die in einem größeren Gefäß eingewogene Gesamtmenge portionsweise in die Schale zu geben.

7.3 In die Schale mit der Einwaage wird soviel Schwefelsäure gegeben, daß die Probe vollkommen von der Säure bedeckt wird. Die Schale wird in die Asbestplatte mit Loch, welche sich auf dem Dreifuß befindet, gesetzt und mit dem Bunsenbrenner mit kleiner Flamme erhitzt, bis sich die Probe zu zersetzen beginnt. Danach wird weiter erhitzt, bis die Probe verbrannt oder verascht und die freie Säure verdampft ist. Falls die Probe stark schäumt, muß die Wärmezufuhr zeitweise verringert werden, damit aschebildende Bestandteile nicht verloren gehen.

Die Schale mit dem Veraschungs-Rückstand wird nun in den auf $(950 \pm 50)^\circ\text{C}$ erhitzten Glühofen gebracht und etwa 1 Stunde erhitzt bis der Kohlenstoff vollständig verbrannt ist¹⁾.

7.4 Die Schale wird im Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt, auf 0,0002 g gewogen und nochmals etwa 10 Minuten geglüht. Dieser Vorgang wird so oft wiederholt, bis die Ergebnisse von zwei aufeinanderfolgenden Wägungen um nicht mehr als 1 % relativ des Glührückstandes voneinander abweichen.

8 Auswertung

Aus den gefundenen Werten wird der Glührückstand G in % nach folgender Zahlenwertgleichung errechnet:

$$G = \frac{m_2 - m_1}{m_E} \cdot 100$$

Hierin bedeuten:

m_2 Gewicht der geglühten Schale mit Glührückstand in g

m_1 Leergewicht der vorgeglühten Schale in g

m_E Einwaage der Probe in g

9 Prüffehler

Bei Glührückständen bis 60 mg dürfen die Bestimmungen bis 3 mg und bei Glührückständen über 60 mg bis 5 % relativ von ihrem Mittelwert abweichen. Anderenfalls ist die Prüfung zu wiederholen.

10 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm und der Angabe „Sulfatasche“ anzugeben:

- Art und Bezeichnung der Probe
- Glührückstand in %
- Mittelwert
- Einzelwerte
- Gegebenenfalls: Feuchte- bzw. Wassergehalt der Probe, mit Angabe des Prüfverfahrens
- Abweichungen von dieser Norm
- Prüfdatum

¹⁾ Beim Glühen im Ofen ist für ausreichende Luftzufuhr zu sorgen.

Erläuterungen

Die vorliegende Norm wurde vom FNM-Arbeitsausschuß 431 „Chemische Prüfverfahren für Kautschuk und Elastomere“ im Fachnormenausschuß Materialprüfung ausgearbeitet. DIN 53 568 Teil 2 entspricht im wesentlichen der Methode C von ISO 247 „Rubber – Determination of ash“. Als Glühtemperatur wird gegenüber der ISO jedoch $(950 \pm 50)^\circ\text{C}$ statt $(950 \pm 25)^\circ\text{C}$ angewendet.