

Bestimmung des acetonlöslichen Anteiles in Phenoplast-Formteilen

DIN
53700

Testing of plastics; determination of acetone soluble matter in phenolic mouldings

Diese Norm stimmt sachlich mit der ISO-Empfehlung ¹⁾ ISO/R 59-1958

- „Plastics; Determination of the percentage of acetone soluble matter in phenolic mouldings“
- „Matières plastiques; Détermination du pourcentage des matières solubles dans l'acétone contenues dans les pièces moulées à base des phénoplastes“
- „Kunststoffe; Bestimmung des acetonlöslichen Anteiles in Phenoplast-Formteilen“
überein.

1. Zweck und Anwendung

Die Prüfung dient zur Bestimmung desjenigen Anteiles einer fein zerkleinerten Probe des Phenoplast-Formteiles, der durch Aceton dicht unter dessen Siedepunkt extrahiert werden kann.

Die Bestimmung des acetonlöslichen Anteiles durch Extraktion ist eines der Mittel, um den relativen Aushärtungsgrad von Formteilen ²⁾ aus einer gegebenen Phenoplast-Pressmasse ³⁾ zu bestimmen. Die Extraktion wird unter bestimmten Bedingungen während einer bestimmten Zeitdauer durchgeführt. Auch wenn ein hoher Anteil an löslicher Substanz ermittelt wird, braucht die Extraktion nicht vollständig zu sein. Die Ergebnisse sind nur relativ, weil der Extrakt normalerweise nicht nur aus ungehärtetem Harz besteht, sondern auch andere Substanzen, wie z. B. Gleitmittel, Farbmittel ⁴⁾ und Weichmacher ⁴⁾, enthalten kann.

2. Herstellung und Form der Proben

Das Formteil oder ein maßgebendes Stück desselben wird auf geeignete Weise (vgl. Abschnitt 3) zu Pulver zerkleinert, wobei das Material nicht unnötig erhitzt werden darf. Der durch Prüfsiebgewebe 0,25 nach DIN 4188 und 0,4 nach DIN 4188 begrenzte Korngrößenanteil wird als Probe bis zur Durchführung der Prüfung in einer dicht verschlossenen Flasche aufbewahrt.

3. Prüfgerät und Prüfmittel

Zerkleinerungseinrichtung zum Pulverisieren der Formteile, z. B. Fräser oder Flachstumpf-Feile B 250 × 0 DIN 8331 (Weichmetall-Feile)

Prüfsieb mit Prüfsiebgewebe 0,25 nach DIN 4188

Prüfsieb mit Prüfsiebgewebe 0,4 nach DIN 4188

Glasflasche, 100 ml, mit Glasstopfen

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

Extraktor nach Soxhlet nach DIN 12 602

Rund- oder Erlenmeyer-Kolben mit Normschliff, passend zum Extraktor nach Soxhlet

Kugelhühler mit Normschliff, passend zum Extraktor nach Soxhlet

Heizbad für eine Temperatur bis 50 °C

Wärmeschrank nach DIN 50 011 für eine Temperatur von 50 °C $\pm 2,5$ grad

Grobes quantitatives Filtrierpapier ⁵⁾ oder Extraktionshülse einfacher Dichte ⁶⁾

Abdampfschale 95 nach DIN 12 336

Exsikkator mit einem flachen Gefäß, in dem Phosphorpentoxid auf Glaswolle verteilt ist

Aceton zur Analyse

4. Durchführung

4.1. Eine Probe von etwa 3 g wird auf 0,001 g (Gewicht m_1) in ein grobes quantitatives Filtrierpapier oder in eine Extraktionshülse von einfacher Dichte eingewogen. Das Filtrierpapier oder die Extraktionshülse wird mit der Probe so zusammengeklappt, daß keine Substanzverluste auftreten, und dann in den Extraktor eingesetzt.

In den Kolben werden 50 ml Aceton gegeben. Danach werden der Extraktor und der Kühler aufgesetzt. Der Kolben wird so erwärmt, daß je Stunde 20 bis 30 Überläufe im Heberrohr stattfinden. Die Extraktion soll 6 Stunden dauern.

Danach wird der Inhalt des Kolbens in die Abdampfschale gegossen, die vorher auf 0,001 g gewogen wurde (Gewicht m_2). Der Kolben wird mit 20 ml Aceton ausgespült und die Spüllösung der Hauptlösung zugesetzt. Das Aceton wird dann abgedampft, wobei die Temperatur 50 °C nicht überschreiten soll.

¹⁾ ISO = International Organization for Standardization

²⁾ Begriff siehe DIN 7708 Blatt 1

³⁾ Begriff und Typen siehe DIN 7708 Blatt 2

⁴⁾ Begriffe siehe DIN 55 945 Blatt 1

⁵⁾ Über Bezugsquellen erteilt der Fachnormenausschuß Kunststoffe im DNA, 1 Berlin 30, Burggrafenstraße 4-7, Auskunft.

⁶⁾ Extraktionshülsen für Extraktor nach Soxhlet siehe DIN 12 449

Fortsetzung Seite 2

Fachnormenausschuß Kunststoffe (FNK) im Deutschen Normenausschuß (DNA)
Fachnormenausschuß Materialprüfung im DNA

4.2. Die Abdampfschale mit dem Rückstand wird für die Dauer von 30 Minuten in einen gut gelüfteten Wärmeschrank mit einer Temperatur von $50^{\circ}\text{C} \pm 2,5$ grad gesetzt, im Exsikkator abgekühlt und auf 0,001 g gewogen (Gewicht m_3).

Dieses Erwärmen, Abkühlen und Wägen wird wiederholt, bis die Ergebnisse von zwei aufeinanderfolgenden Wägungen nicht mehr als 0,003 g voneinander abweichen.

4.3. Die Prüfung nach Abschnitt 4.1 und 4.2 wird an einer weiteren Probe wiederholt.

5. Auswertung

Der acetonlösliche Anteil des Phenoplast-Formteiles in Gew.-% wird nach folgender Zahlenwertgleichung berechnet:

$$\text{Acetonlöslicher Anteil} = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \cdot 100$$

Hierin bedeuten:

m_1 Gewicht der Probe in g

m_2 Gewicht der Abdampfschale in g

m_3 Gewicht der Abdampfschale mit Rückstand in g

6. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:
Art und Bezeichnung des geprüften Phenoplast-Formteiles
Herstellungsverfahren der Probe

Acetonlöslicher Anteil in Gew.-% auf die ersten beiden wertanzeigenden Ziffern gerundet

Einzelwerte

Arithmetischer Mittelwert

Prüfdatum.