

Nachweis und Bestimmung des Gehaltes von freiem Ammoniak, Ammoniumsalzen und anderen flüchtigen Basen in Phenoplast-Formstoffen

DIN
53 707

Testing of plastics; proofs and determination of content of free ammonia, ammonia salt and other volatile bases in phenolic moulding materials

Zugleich Ersatz
für DIN 53 708

Zusammenhang mit der/dem von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen internationalen Empfehlung ISO/R 172-1961/internationalen Entwurf ISO/DIS 120, siehe Erläuterungen.

In dieser Norm bedeutet % Massenanteil in Prozent (bisher Gewichtsprozent genannt).

1 Zweck und Anwendung

Die Prüfungen dieser Norm dienen dem qualitativen Nachweis von freiem Ammoniak und anderen flüchtigen Basen (Verfahren A) sowie der Bestimmung des Gehaltes von freiem Ammoniak, Ammoniumsalzen und anderen flüchtigen Basen (Verfahren B) in Phenoplast-Formstoffen¹⁾.

Die Prüfung nach Verfahren A wird angewendet, wenn nachgewiesen werden soll, daß kein freies Ammoniak und keine anderen flüchtigen Basen in Phenoplast-Formstoffen enthalten sind.

Aufgrund des Gehaltes an Ammoniak, Ammoniumsalzen und anderen flüchtigen Basen in Phenoplast-Formstoffen kann z. B. beurteilt werden, ob mit einer Korrosionswirkung auf Metallteile oder einer Beeinflussung von Lebensmitteln zu rechnen ist.

2 Kurzbeschreibungen der Verfahren

2.1 Verfahren A

Durch mit destilliertem Wasser angefeuchtetes Universalindikatorpapier wird festgelegt, ob freies Ammoniak oder andere flüchtige Basen in der Probe enthalten sind.

2.2 Verfahren B

In der zerkleinerten Probe enthaltenes freies Ammoniak und enthaltene Ammoniumsalze sowie andere flüchtige Basen werden durch 24stündige Lagerung in 3%iger Borsäure-Lösung extrahiert. Die Borsäure-Lösung wird von der Probe quantitativ getrennt und anschließend mit 20%iger Natronlauge bis zur alkalischen Reaktion der Lösung versetzt. Dadurch in Freiheit gesetztes Ammoniak sowie andere freigesetzte flüchtige Basen werden anschließend unter Stickstoff in eine Vorlage mit der Borsäure-Lösung destilliert, bis kein alkalisch reagierendes Destillat mehr übergeht. Die in der Vorlage-Lösung enthaltenen Mengen an Ammoniak und anderen flüchtigen Basen werden durch Titration mit 0,5 N Salzsäure unter Verwendung von Tashiro-Indikator bestimmt.

3 Herstellung und Form der Proben

3.1 Verfahren A

Frühestens 24 Stunden nach seiner Herstellung wird das Phenoplast-Formteil oder ein repräsentatives Stück davon unmittelbar vor der Prüfung mit einem Fräser oder einer Flachstumpffeile zu Pulver zerkleinert, wobei sich die Probe nicht erhitzen darf.

3.2 Verfahren B

Aus dem Phenoplast-Formteil wird ein Probekörper mit den Maßen 25 mm x 15 mm x Erzeugnisdicke herausgearbeitet, dieser auf 1 mg genau gewogen und in den Behälter (siehe Bild 1) flach eingelegt. Anschließend wird soviel 3%ige Borsäure-Lösung hinzugegeben, bis sie die obere Fläche des Probekörpers mit einer Höhe von 2 bis 3 mm bedeckt. Danach werden in diesem Medium mit einem Spiralbohrer so viele Löcher in den Probekörper bis fast zu seiner Unterseite gebohrt, bis 0,5 bis 1 g Material zu Spänen mit einer Dicke von höchstens 0,3 mm zerkleinert ist. Bei 10 mm Erzeugnisdicke sind dazu 2 Bohrungen nötig.

4 Anzahl der Nachweise und Bestimmungen

Durchgeführt werden mindestens 1 Nachweis und/oder 2 Bestimmungen.

5 Prüfgeräte und Prüfmittel

5.1 Prüfgeräte

5.1.1 Verfahren A

Zerkleinerungsgerät, z. B. Fräser oder Flachstumpffeile (siehe auch DIN 53 733)

50-ml-Erlenmeyerkolben mit Kegelhülse und Glasstopfen, z. B. Kolben DIN 12 387 – E 50 ANS 19 mit Stopfen DIN 12 252 – A NS 19/26 Glas.

1) Begriff Formstoff siehe DIN 7708 Teil 1

Fortsetzung Seite 2 und 3
Erläuterungen Seite 3

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

5.1.2 Verfahren B

Offener Behälter aus Polyäthylen (siehe Bild 1)

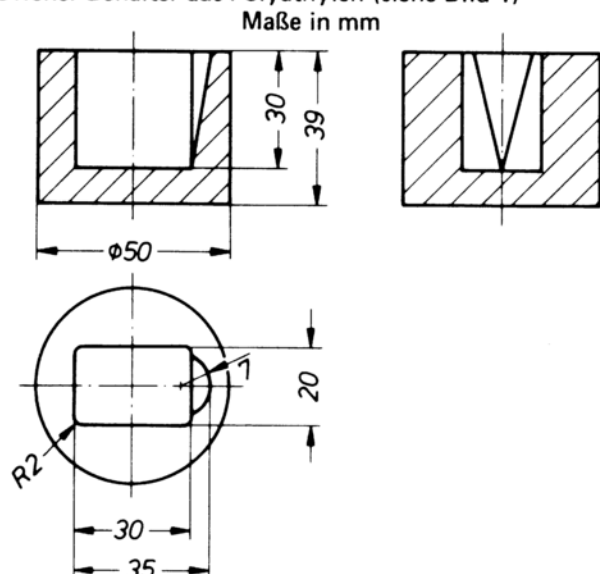


Bild 1. Beispiel für einen Behälter aus Polyäthylen

Elektrobohrmaschine, Drehzahl: etwa 180 min^{-1} , mit Spiralbohrer von 8 mm Durchmesser und etwa 118° Spitzenwinkel

100-ml-Becher, hohe Form,

z. B. Becher DIN 12 331 – HF 100, mit passendem Uhr-glas als Deckel

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

Stickstoffbestimmungsapparat nach Pregl (siehe Bild 2) bestehend aus:

100-ml-Kjeldahlkolben, z. B. nach DIN 12 360

Destillieraufsatz
und

Liebigkühler, z. B. nach DIN 12 576

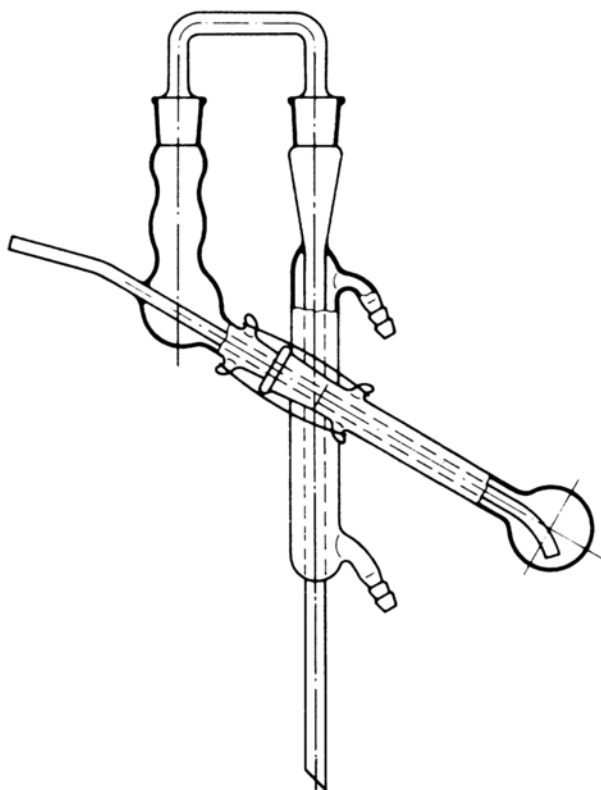


Bild 2. Stickstoffbestimmungsapparat nach Pregl

1-ml-Mikrobürette mit Skalenwerten von 0,01 ml, z. B. nach DIN 12 700 Teil 6

5.2 Prüfmittel**5.2.1 Verfahren A**

Universalindikatorpapier pH 1 bis 11

5.2.2 Verfahren B

3%ige Borsäure zur Analyse

Methanol zur Analyse

20%ige Natronlauge zur Analyse

Stickstoff, ammoniakfrei

Salzsäure zur Analyse, 0,5 N ($c(\text{HCl}) = 0,500 \text{ mol/l}$)

Tashiro-Indikator

Universal-Indikatorpapier, pH-Bereich 1 bis 11

6 Durchführung**6.1 Verfahren A**

Etwa 1 g der Probe wird sofort nach dem Zerkleinern in den Erlenmeyerkolben gegeben und dieser mit dem Glasstopfen verschlossen. Beim Verschließen des Erlenmeyerkolbens wird ein mit destilliertem Wasser angefeuchtetes Universal-Indikatorpapier zwischen Glasstopfen und Kolbenhals so gelegt, daß dessen Ende sich etwa 1 bis 2 cm oberhalb der Probe befindet. Eine pH-Wert-Anzeige über 8 des Universal-Indikatorpapiers nach etwa 30 min zeigt an, ob freies Ammoniak oder andere flüchtige Basen in der Probe enthalten sind.

6.2 Verfahren B

Die, nach Abschnitt 3.2 in Spanform gebrachte, in dem Behälter z. B. nach Bild 1 in der 3%igen Borsäure-Lösung befindliche Probe mitsamt der Lösung, ebenfalls das am Bohrer und Probekörper anhaftende zerkleinerte Probematerial, werden mittels einer 3%igen Borsäure-Lösung unter Zuhilfenahme eines Pinsels in den 100-ml-Becher gespült und dieser nach Abdecken mit dem Uhr-glas 24 Stunden stehen gelassen. Der nach dem Ausbohren übrig gebliebene Teil des Probekörpers wird nach Abspülen anhaftender Borsäure-Lösung mit Methanol und nach Verdunstung des Methanols zurückgewogen. Die Differenz der Massen des Probekörpers vor und nach dem Ausbohren, auf 1 mg genau gewogen, ergibt die Masse der zur Prüfung verwendeten Probe (m). Nach 24stündiger Lagerung der Probe in der Borsäure-Lösung sind das freie Ammoniak, die Ammoniumsalze und die anderen flüchtigen Basen in die Lösung übergegangen.

Danach wird die Borsäure-Lösung von der Probe abfiltriert und diese sorgfältig einige Male mit wenig destilliertem Wasser nachgewaschen. Die aus Extrakt und Nachwaschflüssigkeit bestehende Lösung soll ein Volumen von etwa 20 ml haben.

Da in der Lösung auch andere alkalisch reagierende Stoffe, z. B. geringe Mengen Magnesiumoxid, aus der Formmasse enthalten sein können, müssen das Ammoniak und die anderen flüchtigen Basen in Freiheit gesetzt und überdestilliert werden. Zu diesem Zweck wird die Lösung in den Kjeldahlkolben übergeführt und soviel Natronlauge hineinpipettiert, bis die Lösung alkalisch reagiert. Anschließend wird der Stickstoffbestimmungsapparat zusammengesetzt. Von der jetzt etwa 30 bis 40 ml betragenden Lösung wird anschließend unter Stickstoff langsam soviel in eine Vorlage mit 3%iger Borsäure-Lösung abdestilliert, bis das Destillat gegen Universal-Indikatorpapier nicht mehr alkalisch reagiert.