

Prüfung von Kunststoffen
Bestimmung des Säure-Gehaltes von warm
gehärteten Preßstoffen nach Naßdampfbehandlung

DIN
53709

Testing plastics. Determination of acid content of thermosetted mouldings after treatment with water vapour

1. Zweck und Anwendung

Die Prüfung dient dazu, den Säure-Gehalt von warm gehärteten Preßstoffen¹⁾ nach einer festgelegten Naßdampfbehandlung zu bestimmen.

Der nach dieser Norm bestimmte Säure-Gehalt ist ein Kriterium für die Beurteilung der Korrosionswirkung eines Preßstoffes auf Metalle in feuchtwarmem Klima.

2. Entnahme, Herstellung und Form der Proben

2.1. Zur Prüfung wird ein Preßteil¹⁾ oder ein Stück desselben verwendet. Soll eine Preßmasse¹⁾ geprüft werden, werden aus ihr Normplatten nach DIN 53 470 oder Becher nach DIN 53 465 hergestellt.

2.2. Das Probestück nach Abschnitt 2.1 wird in einer Mühle gemahlen, wobei das Material möglichst wenig erhitzt werden soll.

2.3. Der durch Sieben mit den Prüfsiebgeweben 0,4 DIN 4188 und 0,63 DIN 4188²⁾ abgesiebte Anteil von 0,4 bis 0,63 mm Korngröße wird als Probe bis zur Durchführung der Prüfung, die dann innerhalb von 12 Stunden stattfinden soll, in einer dicht verschlossenen Flasche aufbewahrt.

3. Prüfgerät und Prüfmittel

Mühle zum Mahlen des Preßstoffes³⁾

Prüfsieb mit Prüfsiebgewebe 0,4 DIN 4188²⁾

Prüfsieb mit Prüfsiebgewebe 0,63 DIN 4188²⁾

Glasflasche, 100 ml, mit Glasstopfen

Waage mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,005$ g

Reagenzgläser 18 DIN 12 395 aus Glas der Säureklasse 1 DIN 12 116⁴⁾

Trichter 150 DIN 12 445

¹⁾ Begriffe Preßmasse, Preßstoff, Preßteil siehe DIN 7708 Blatt 1.

²⁾ Wenn, z. B. bei Preßstoffen mit Textilschnitzeln als Füllstoff, durch das Mahlen bis zur angegebenen Korngröße Entmischungen auftreten, können zur Begrenzung der Korngröße nach Vereinbarung Prüfsiebgewebe 0,8 DIN 4188 und 1,0 DIN 4188 verwendet werden. Das ist dann im Prüfbericht anzugeben.

³⁾ Z. B. CONDUX-Labormühle LV 15 M.

⁴⁾ Z. B. Jenaer Fiolaxglas.

Vollpipette 2 B DIN 12 690

Wärmeschrank nach DIN 50 011 für eine Temperatur von $95^{\circ}\text{C} \pm 2,5$ grd

Dickwandige Gefäße (Kochbecher aus Porzellan, ≈ 600 ml Inhalt, hohe Form, oder Porzellanmenschur)

Filter

Austauscher-Säule von ≈ 18 mm Durchmesser und ≈ 300 mm Länge eines stark sauren Kationenaustauschers in der H^{+} -Ionform⁵⁾

Titriergesäß

Bürette S 25 $\times$ 0,05 A DIN 12 700

Karbonatfreie n/10 Natronlauge

Gegebenenfalls Glaselektrode und Potentiometer

Gegebenenfalls Phenolphthalein.

4. Durchführung

4.1. Von der Probe nach Abschnitt 2.3 werden 10 g auf 0,01 g gewogen (Einwaage E) und mit Hilfe des Trichters so in das Reagenzglas geschüttet, daß die Wände des Reagenzglases oberhalb der Probe nicht bestäubt werden. Mit Hilfe der Vollpipette wird die Probe mit 2 ml destilliertem Wasser befeuchtet, wobei die Wand des Reagenzglases oberhalb der Probe nicht benetzt werden darf (kurz über der Probe Pipette abziehen!).

Das Reagenzglas wird knapp unterhalb des Bödelrandes zugeschmolzen. Nach völligem Erkalten wird es senkrecht in den auf einer Temperatur von $95^{\circ}\text{C} \pm 2,5$ grd gehaltenen Wärmeschrank eingesetzt. Nach 72 Stunden wird das Reagenzglas dem Wärmeschrank entnommen und, nachdem es völlig abgekühlt ist, in einem dickwandigen Gefäß, in dem sich ≈ 100 ml destilliertes Wasser befinden, so zerstört, daß alle Glassplitter unter Wasser liegen.

Die jetzt in dem Gefäß enthaltene Flüssigkeit wird durch ein Filter auf die Säule des Kationenaustauschers gegeben. Die Rückstände auf dem Filter und in dem Gefäß werden mit destilliertem Wasser gewaschen. Das Waschwasser wird ebenfalls durch das Filter auf die Austauscher-Säule gegeben. Das Auswaschen wird so lange fortgesetzt, bis ungefähr 300 ml Flüssigkeit durch den Austauscher gelaufen sind. Das Filtrat wird in einem Titriergesäß aufgefangen, dessen Wahl sich nach der Art der nachfolgenden Titration richtet. Es wird mit $1/10$ n Natronlauge titriert, entweder potentiometrisch an der Glaselektrode — was vorzuziehen ist — oder gegen Phenolphthalein als Indikator. Der Verbrauch A an Natronlauge wird in ml angegeben.

⁵⁾ Z. B. Ionenaustauscher I der Firma E. Merck, Darmstadt.

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 2

4.2. Um den Mehrverbrauch an Natronlauge zur Neutralisation des im Wasser unter Umständen gelösten Kohlendioxyds zu erfassen, wird nach dem Versuch nach Abschnitt 4.1 eine gleiche Menge destilliertes Wasser auf die Austauscher-Säule gegeben und ebenfalls mit $\frac{1}{10}$ n Natronlauge titriert. Der hierbei erhaltene Verbrauch B an Natronlauge in ml entspricht dem gelösten Kohlendioxyd.

4.3. Die Bestimmungen nach Abschnitt 4.1 und 4.2 werden je zweimal durchgeführt.

5. Auswertung

Der Säure-Gehalt in Gew.-% (Säuren berechnet als Essigsäure) wird nach folgender Gleichung errechnet (1 ml $\frac{1}{10}$ n Natronlauge entspricht 0,006 g Essigsäure):

$$\text{Säure-Gehalt} = \frac{(A - B) \cdot 0,006}{E} \cdot 100$$

6. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Kennzeichnung des untersuchten Preßstoffes bzw. der untersuchten Preßmasse

Von den Angaben in Abschnitt 2.3 abweichende und vereinbarte Prüfsiebgewebe²⁾

Säure-Gehalt nach Naßdampfbehandlung in Gew.-%, auf die ersten beiden wertanzeigenden Ziffern gerundet

Einzelwerte

Mittelwert

Prüfdatum.

²⁾ siehe Seite 1

Erläuterungen

Preßstoffe können je nach den zur Herstellung der Preßmassen verwendeten Rohstoffen Bestandteile enthalten, die auf benachbarte Metallteile korrosionsfördernd wirken. Hierauf wird in gewisser Beziehung bereits in DIN 7708 Blatt 2 Rücksicht genommen und im Abschnitt „Gehalt an flüchtigen Säuren“ ein entsprechendes Analysenverfahren beschrieben. Preßmassen, die auf Grund dieses Analysenverfahrens im Preßstoff einen Gehalt an flüchtigen Säuren von höchstens 0,18 Gew.-% haben, werden als besondere Typen eingestuft (Typen 32 und 71.8).

Bei der praktischen Anwendung der Preßstoffe hat sich gezeigt, daß die Erfüllung dieser Bedingung allein nicht ausreicht, um einen Preßstoff auch unter erschwerten klimatischen Bedingungen als nicht korrosionsfördernd zu bezeichnen. Beobachtungen lassen nämlich erkennen, daß

teilweise erst im feuchtwarmen Klima korrosionsfördernde Ausdunstungen entstehen.

An und für sich ist eine sichere Beurteilung des Preßstoffes nur durch praktische Erprobung unter tatsächlich auftretenden Klimabedingungen möglich. Solche Erprobungen dauern aber Jahre und sind deshalb als Typ-Prüfung ungeeignet.

Es wurde nun ein chemisches Analysenverfahren entwickelt, bei dem die zerkleinerte Preßstoff-Probe vor der Analyse einer Naßdampf-Behandlung ausgesetzt wird.

Der Kationenaustauscher hat eine Austauschkapazität von etwa 4,5 mÄqu/g Harz. Der Austauscher wird mit 5 Gew.-% Salzsäure regeneriert. Für 1 l Harz werden ungefähr 4 bis 5 l Regenerierlösung und 6 bis 7 l destilliertes Wasser zum Nachwaschen benötigt.