

# Bestimmung des acetonlöslichen Anteiles in Phenoplast-Preßmassen

**DIN**  
**53710**

Testing of plastics; determination of acetone soluble matter in phenolic moulding materials

Diese Norm stimmt sachlich mit der ISO-Empfehlung <sup>1)</sup> ISO/R 308-1963

- „Plastics; Determination of the acetone soluble matter (resin content of material in the unmoulded state) of phenolic moulding materials“
  - „Matières plastiques; Détermination de l'extrait acétonique (teneur en résine des matières à l'état non moulé) des matières à mouler à base des phenoplastes“
  - „Kunststoffe; Bestimmung des acetonlöslichen Anteiles (Harz-Gehalt im unverarbeiteten Zustand) von Phenoplast-Preßmassen“
- überein.

## 1. Zweck und Anwendung

Die Prüfung dient zum Bestimmen desjenigen Anteiles einer Probe der Phenoplast-Preßmasse <sup>2)</sup> <sup>3)</sup>, der durch Aceton dicht unter dessen Siedepunkt extrahiert werden kann.

Die Norm ist nur anwendbar auf Preßmassen auf der Basis von Novolak-Harzen, jedoch nicht auf solche auf Basis von Resol-Harzen, da Resole in Aceton nicht voll löslich sind <sup>4)</sup>.

In dieser Norm wird der acetonlösliche Anteil als „Harzgehalt“ angegeben. Dabei ist jedoch zu beachten, daß der Extrakt zwar hauptsächlich aus Phenolharz und Hexamin besteht, jedoch gewöhnlich auch andere acetonlösliche Bestandteile, wie z. B. Gleitmittel und Farbmittel <sup>5)</sup>, vorhanden sind, die dann mit als Harz angegeben werden.

## 2. Entnahme und Vorbehandlung der Proben

Aus der zu prüfenden Preßmasse wird eine Durchschnittsprobe entnommen. Wenn die Preßmasse in Form von größeren Stücken, wie z. B. Vorformlingen, und in Form von Flocken oder Granulat vorliegt, wird die Durchschnittsprobe zu Pulver oder kleinen Stücken zerkleinert und gut gemischt, wobei sie nicht überhitzt werden darf. Sie darf auch nicht zu fein zerkleinert werden, damit sie sich nicht später in der Extraktionshülse zusammenballt.

Die Durchschnittsprobe wird vor der Prüfung 24 Stunden lang bei Raumtemperatur im Vakuum über konzentrierter Schwefelsäure oder einem anderen Trocknungsmittel getrocknet.

- <sup>1)</sup> ISO = International Organization for Standardization
- <sup>2)</sup> Begriff und Typen siehe DIN 7708 Blatt 2
- <sup>3)</sup> Bestimmung des acetonlöslichen Anteiles in Phenoplast-Formteilen siehe DIN 53700.
- <sup>4)</sup> Es sei darauf hingewiesen, daß es auch Novolak-Preßmassen gibt, deren Bindemittel mit Rücksicht auf die Verarbeitung vorkondensiert und deshalb nicht mehr vollständig acetonlöslich sind. In solchen Fällen sind besondere Vereinbarungen zu treffen.
- <sup>5)</sup> Begriff siehe DIN 55945 Blatt 1
- <sup>6)</sup> Extraktionshülsen für Extraktor nach Soxhlet siehe DIN 12449

## 3. Prüfgerät und Prüfmittel

Gegebenenfalls Einrichtung, mit der die Preßmasse zerkleinert werden kann

Vakuum-Trockeneinrichtung mit konzentrierter Schwefelsäure oder einem anderen Trocknungsmittel

Wärmeschrank nach DIN 50011 für eine Temperatur von  $105^{\circ}\text{C} \pm 2,5^{\circ}\text{C}$  grad

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

Extraktionshülse einfacher Dichte <sup>6)</sup> oder Glasfiltertiegel

Verschließbares Wägegglas, z. B. nach DIN 12605

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

Extraktor nach Soxhlet nach DIN 12602

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

Kugelhühler mit Normschliff, passend zum Extraktor nach Soxhlet

Aceton zur Analyse

## 4. Durchführung

**4.1.** Die Extraktionshülse (oder der Glasfiltertiegel) wird — erforderlichenfalls zusammen mit einem Stöpsel aus absorbierender Baumwolle — zwei Stunden lang bei  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  grad getrocknet und anschließend im Exsikkator aufbewahrt.

Bei Beginn des Versuches wird die Extraktionshülse rasch aus dem Exsikkator in ein Wägegglas gebracht, das dann verschlossen wird. Das Wägegglas mit Inhalt wird auf  $0,001\text{ g}$  gewogen (Gewicht  $m_1$ ).

*Anmerkung:* Das Wägegglas kann auch zusätzlich noch allein gewogen werden, wenn man das Gewicht der leeren Extraktionshülse ermitteln möchte, um eine Wiederholung des Versuches in dem Fall zu vermeiden, daß das Wägegglas während des Versuches zerbricht.

Das Wägegglas wird geöffnet, in die Extraktionshülse werden ungefähr  $3\text{ g}$  der getrockneten Probe eingefüllt, und das wieder verschlossene Wägegglas wird auf  $0,001\text{ g}$  gewogen (Gewicht  $m_2$ ).

Die Extraktionshülse wird dem Wägegglas entnommen, so zusammengefalet oder so mit dem Baumwollstöpsel ver-

Fortsetzung Seite 2

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

geschlossen, daß keine Substanzverluste auftreten, und dann in den Extraktor eingesetzt.

In den Kolben werden 100 ml Aceton gegeben. Danach werden der Extraktor und der Kühler aufgesetzt.

Der Kolben wird so erwärmt, daß je Stunde 15 bis 30 Überläufe im Heberrohr stattfinden. Die Extraktion soll 16 Stunden  $\pm 1/2$  Stunde dauern. Im Anschluß daran wird die Extraktionshülse zusammen mit ihrem Inhalt 24 Stunden  $\pm 1$  Stunde lang bei Raumtemperatur im Vakuum über konzentrierter Schwefelsäure oder einem anderen Trocknungsmittel getrocknet. Sie wird dann in demselben Wägeglaß wie bei der ersten Wägung auf 0,001 g gewogen (Gewicht  $m_3$ ).

**4.2.** Die Prüfung wird an einer weiteren Probe wiederholt. Die Ergebnisse der beiden Bestimmungen dürfen sich um nicht mehr als 2 % voneinander unterscheiden. Anderenfalls ist die Prüfung zu wiederholen.

## 5. Auswertung

Der Harzgehalt<sup>7)</sup> der Phenoplast-Preßmasse in Gew.-% wird nach folgender Zahlenwertgleichung berechnet:

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

Hierin bedeuten:

$m_1$  Gewicht des Wägeglaßes mit Extraktionshülse in g

$m_2$  Gewicht des Wägeglaßes mit Extraktionshülse und Probe in g

$m_3$  Gewicht des Wägeglaßes mit Extraktionshülse und Rückstand in g

## 6. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben: Art und Bezeichnung der geprüften Phenoplast-Preßmasse  
Gegebenenfalls Angaben über die Zerkleinerung der Preßmasse

Harzgehalt in Gew.-%, auf die ersten beiden wertanzeigenden Ziffern gerundet

Einzelwerte

Arithmetischer Mittelwert

Prüfdatum.

<sup>7)</sup> Siehe hierzu die Angaben in Abschnitt 1