

Prüfung von Kunststoffen

Bestimmung des Wassergehaltes von Formmassen

Destillationsverfahren

DIN
53 713

Testing of plastics; determination of the water content of moulding materials; distillation method

In dieser Norm bedeutet % Gewichtsprozent.

Maße in mm

1. Zweck und Anwendung

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung des Wassergehaltes in pulvrigen, granulierten und stückigen Formmassen¹⁾, wie z. B. Phenoplast- und Aminoplast-Preßmassen, PVC-Pulvern und -Granulaten. Es ist ebenfalls anwendbar auf feste und flüssige Harze.

Nach dieser Norm wird nur der tatsächliche Wasser- bzw. Feuchtegehalt (physikalisch gebundenes Wasser) der Proben gemessen. Sogenanntes Reaktionswasser, das z. B. durch fortschreitende Kondensation entsteht, wird aufgrund der niedrigen Destillationstemperatur von etwa 68 °C nicht miterfaßt. Das Verfahren ist im allgemeinen geeignet, Wassergehalte bis herab zu 0,2 % zu bestimmen.

Bei niederkondensierten Stoffen wird durch einen Vorversuch (siehe Abschnitt 5.1) sichergestellt, daß nur das physikalisch gebundene Wasser erfaßt wird.

2. Probenahme

Aus der zu prüfenden Formmasse bzw. dem zu prüfenden Harz wird eine Durchschnittsprobe entnommen. Untablet- tierte Formmassen brauchen nicht zerkleinert zu werden, tablettierte sollten zerkrümelt werden. Stückige Form- massen müssen erforderlichenfalls zerkleinert werden — möglichst unter eine Korngröße von 2 mm —, wobei Überhitzen vermieden werden muß.

3. Anzahl der Bestimmungen

Die Bestimmungen nach Abschnitt 5 sind zweimal durch- zuführen.

Wenn die Ergebnisse um mehr als $\pm 0,1$ % absolut vonein- ander abweichen, so sind nochmals zwei Bestimmungen durchzuführen.

4. Prüfgerät und Prüfmittel

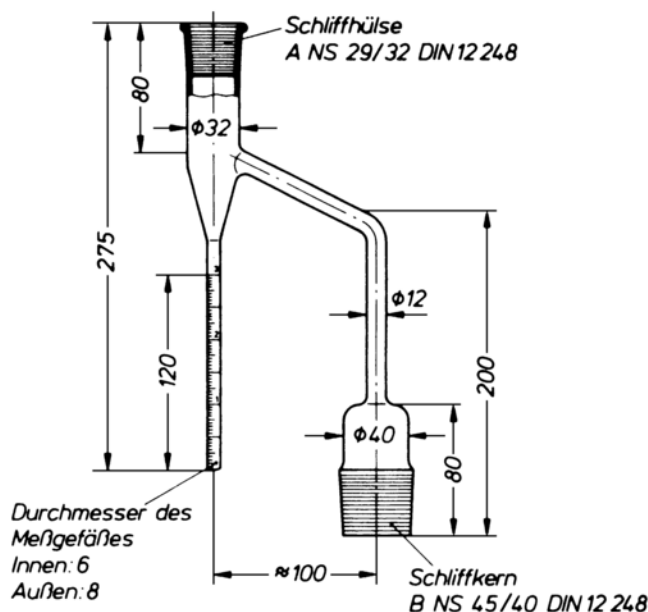
4.1. Prüfgerät

Kolben RANS 250 — 45 DIN 12 348 oder

Kolben RANS 500 — 45 DIN 12 348

Mittelstück nach Bild, mit Wasser auf Einguß bei 20 °C justiert

Volumen des Meßgefäßes: 3 cm³



Rückflußkühler z. B. 300 NS 29/32 x NS 29/32 DIN 12 581
Trockenrohr NS 29/32, gefüllt mit Calciumchlorid oder Silicagel

Heizbad, Temperatur regelbar

Waage mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,002$ g

4.2. Prüfmittel

Di-iso-propyläther

$d_{20\text{ °C}/4\text{ °C}}$ 0,723 bis 0,725

Siedebereich (90 %) 66,5 bis 68,5 °C

Siedesteine

5. Durchführung

5.1. Proben von niederkondensierten Stoffen werden zunächst bei einer Temperatur von 50 °C in Vakuum über Phosphor(V)-oxid vollständig getrocknet. Anschlie- ßend wird nach Abschnitt 5.2 und 5.3 geprüft. Wenn hier- bei ein Wassergehalt festgestellt wird, so ist das Verfahren nach dieser Norm nicht anwendbar.

1) Begriff Formmasse siehe DIN 7708 Blatt 1

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 2

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

5.2. Da Wasser in Di-iso-propyläther von 20 °C etwas löslich ist und dies — vor allem bei kleinen Wassergehalten — das Ergebnis verfälschen würde, muß der verwendete Di-iso-propyläther mit Wasser gesättigt werden.

Der Rundkolben wird zu Zweidrittel seines Volumens mit Di-iso-propyläther gefüllt, dann werden 0,5 cm³ destilliertes Wasser und einige Siedesteine zugegeben, das Mittelstück mit Kühler und Trockenrohr angeschlossen und das Di-iso-propyläther-Wasser-Gemisch durch das Paraffinbad zum Sieden erhitzt.

Die Destillation wird abgebrochen, wenn das Volumen des Wasserdestillates konstant bleibt. Nach Bildung einer deutlichen Trennfläche zwischen Wasser und Di-iso-propyläther wird das Volumen des überdestillierten Wassers bei Raumtemperatur als Blindwert abgelesen (Wasservolumen *B*).

5.3. Je nach dem zu erwartenden Wassergehalt werden 20 bis 100 g der Probe (Einwaage *E*) auf 0,1 g gewogen und quantitativ in den Rundkolben übergeführt.

Nach Anschließen des Mittelstückes mit Kühler und Trockenrohr wird das Gemisch von Formmasse und Di-iso-propyläther langsam zum Sieden erhitzt und im gleichmäßigen Sieden gehalten, bis das Volumen des Wasserdestillates wiederum konstant bleibt. Die Destillation wird dann abgebrochen.

Nach Bildung einer deutlichen Trennfläche zwischen Wasser und Di-iso-propyläther wird das Volumen des überdestillierten Wassers bei Raumtemperatur abgelesen (Wasservolumen *A*).

6. Auswertung

Der Wassergehalt der Probe in % ist:

$$\text{Wassergehalt} = \frac{A - B}{E} \cdot 100$$

Hierin bedeuten:

A Abgelesenes Wasservolumen in cm³ nach Abschnitt 5.3 (Probe)

B Abgelesenes Wasservolumen in cm³ nach Abschnitt 5.2 (Blindwert)

E Einwaage in g

Die für die Volumina *A* und *B* eingesetzten Zahlenwerte in cm³ entsprechen den Werten für die Masse in g so genau, daß die Wertangabe des Wassergehaltes in % (auf die ersten beiden wertanzeigenden Ziffern gerundet) nicht beeinflusst wird.

7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben: Art und Bezeichnung der geprüften Formmasse, gegebenenfalls Angaben über die Zerkleinerung der Probe

Wassergehalt in %, auf die ersten beiden wertanzeigenden Ziffern gerundet

Einzelwerte

Arithmetischer Mittelwert

Prüfdatum

Erläuterungen

Die vorliegende Norm wurde vom FNK/FNM-Arbeitsausschuß 4.1 „Chemische Analysen von Kunststoffen“ ausgearbeitet. Nach dem in dieser Norm angegebenen Verfahren wird Di-iso-propyläther als Schleppdestillationsmittel verwendet. Aufgrund der niedrigen Siedetemperatur von 68,4 °C für Di-iso-propyläther bzw. von 62,2 °C für das azeotrope Gemisch Di-iso-propyläther/Wasser 95,5 %/4,5 % wird weitgehend vermieden, daß Kondensationswasser (Reaktionswasser) miterfaßt wird. Zusätzlich wurde aufgenommen, daß niederkondensierte Stoffe vor der eigentlichen Prüfung einem Vorversuch zu unterwerfen sind, um sicherzustellen, daß nur physikalisch gebundenes Wasser erfaßt wird.