

Prüfung von Kunststoffen

Bestimmung des Wassergehaltes von pulverförmigen
Kunststoffen durch Titration nach Karl Fischer
DIN
53 715

Testing of plastics; determination of water content of plastics
in form of a powder by titration according to Karl Fischer

In dieser Norm bedeutet % Gewichtsprozent.

1. Zweck und Anwendung

Das Verfahren nach dieser Norm dient der Bestimmung des Wassergehaltes von pulverförmigen Kunststoffen mit einer mittleren Teilchengröße unter 0,2 mm.

Nicht angewendet werden darf das Verfahren für alkalisch vorstabilisierte Homo- und Copolymerisate des Vinylchlorids, mit basischen Bleiverbindungen stabilisierte pulverförmige PVC-Formmassen, Melaminharzpulver und Melaminharzpreßmassen.

Das Verfahren wird gestört durch stark reduzierende oder oxydierende, mit Jod oder schwefliger Säure reagierende Substanzen wie Aldehyde (außer Formaldehyd), Ketone, Mercaptane, Chinone und basische Metallverbindungen.

Bei Gegenwart von Olefinen, Aromaten, Alkoholen, Polyolen, Phenolen, Carbonsäuren, Estern, Säureanhydriden, Säurechloriden, Säureamiden, Nitroverbindungen und Aminen ist eine Störung nicht zu erwarten.

2. Kurzbeschreibung des Verfahrens

Das in dem zu prüfenden pulverförmigen Kunststoff enthaltene Wasser wird mit Karl-Fischer-Lösung in einem automatischen Titrationsgerät oder ohne Verwendung eines automatischen Titrationsgerätes, wie in DIN 51 777 Blatt 1 und Blatt 2 beschrieben, titriert.

3. Probenahme

Aus dem zu prüfenden pulverförmigen Kunststoff wird eine Durchschnittsprobe entnommen, die für mindestens zwei Bestimmungen ausreicht.

4. Anzahl der Bestimmungen

Es werden mindestens zwei Bestimmungen nach Abschnitt 7.2 durchgeführt.

5. Prüfgerät ¹⁾

Automatisches strommessendes Endpunkt-Titrimeter (Dead-Stop-Titrimeter), das aus folgenden wesentlichen Teilen besteht:

Automatische Bürette oder Motorbürette aus braunem Glas, Meßbereich 20 bis 25 cm³, Skalenwert 0,05 cm³, für Karl-Fischer-Lösung. Die Bürette wird gegen Feuchtezutritt mit einem Trockenrohr, gefüllt mit Silicagel, geschützt. Automatische Bürette oder Motorbürette, Meßbereich 20 bis 25 cm³; Skalenwert 0,05 cm³ für Standardlösung von Wasser in Methanol;

¹⁾ Über die Bezugsquelle erteilt der Fachnormenausschuß Kunststoffe (FNK) im DNA, 1 Berlin 30, Burggrafenstraße 4-7, Auskunft.

Titriergesäß mit Platin-Doppelelektrode und Magnetrührer
Elektrischer Teil, der das Öffnen und Schließen des Magnetventils der Bürette oder den Vorschub des Kolbens der Motorbürette für die Karl-Fischer-Lösung steuert.

Waage mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,0001$ g

6. Reagenzien ¹⁾

Karl-Fischer-Lösung zur maßanalytischen Bestimmung des Wassergehaltes entweder in einer Lösung oder in zwei getrennten Lösungen:

Lösung A (Pyridin-Schwefeldioxid-Lösung)

Lösung B (Jod in Methanol gelöst oder in einem anderen geeigneten Lösungsmittel, z. B. Äthylenglykol-Monomethyläther)

Bei der Herstellung der Karl-Fischer-Lösung aus gleichen Volumenteilen der Lösung A und der Lösung B ist die Mischung der beiden Lösungen etwa eine Stunde vor dem Füllen des Vorratsgefäßes für die Karl-Fischer-Lösung des Titrimeters herzustellen, damit vermieden wird, daß der Wirkfaktor sich noch während der Titrationen ändert. Eine Mischung aus 0,5 cm³ Karl-Fischer-Lösung A und 0,5 cm³ Karl-Fischer-Lösung B soll etwa 1 mg Wasser entsprechen.

Standardlösung von Wasser in Methanol, zur Analyse, mit einem Wassergehalt von etwa 2 g H₂O/1000 cm³ Natriumacetat-trihydrat, kristallisiert, NaC₂H₃O₂ · 3 H₂O, zur Analyse, Wassergehalt 39,72%,

oder

di-Natriumtartrat-dihydrat, Na₂C₄H₄O₆ · 2 H₂O, zur Analyse, Wassergehalt 15,67%.

7. Durchführung

7.1. Bestimmung des Wirkfaktors der Karl-Fischer-Lösung und des Wassergehaltes der Standardlösung

Der Wirkfaktor der Karl-Fischer-Lösung verändert sich durch Feuchtigkeitsaufnahme und durch Umsetzen der Bestandteile untereinander. Deswegen sollte vor jeder Wasserbestimmung der Wirkfaktor mit Hilfe der Standardlösung nach Abschnitt 7.2.1 bestimmt werden.

7.1.1. Etwa 20 cm³ der Standardlösung von Wasser in Methanol werden in das Titrationsgefäß einlaufen gelassen, der Magnetrührer wird eingeschaltet und die Lösung bis zum Endpunkt titriert. Etwa 30 mg Natriumacetat-trihydrat oder di-Natriumtartrat-dihydrat werden auf 0,1 mg eingewogen (Einwaage E_1) und in das Titrationsgefäß gegeben. Anschließend wird die Lösung titriert (Verbrauch a_1).

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 2

Der Wirkfaktor F der Karl-Fischer-Lösung in mg Wasser/cm³ ist:

$$F = \frac{E_1 \cdot x}{a_1}$$

Hierin bedeuten:

a_1 Verbrauch in cm³ an Karl-Fischer-Lösung bei der Titration der Ursubstanz

E_1 Einwaage in mg

Bei Verwendung von Natriumacetat-trihydrat $x = 0,3972$

Bei Verwendung von di-Natriumtartrat-dihydrat $x = 0,1567$

Anmerkung: Um bei kleinen Wassergehalten der Probe zu große Einwaagen zu vermeiden, empfiehlt es sich — falls notwendig — den Wirkfaktor der Karl-Fischer-Lösung durch Verdünnen mit einem Flüssigkeitsgemisch bestehend aus gleichen Volumenteilen von wasserfreiem Methanol und Pyridin auf 1 mg/cm³ einzustellen.

7.1.2. Sofort nach der Bestimmung des Wirkfaktors F nach Abschnitt 7.1.1 werden etwa 10 cm³ der Standardlösung von Wasser in Methanol (etwa 2 g Wasser/1000 cm³) mit Karl-Fischer-Lösung austitriert (Verbrauch a_2).

Der Wassergehalt S der Standardlösung in mg Wasser/cm³ ist:

$$S = \frac{a_2 \cdot F}{a_3}$$

Hierin bedeuten:

a_2 Verbrauch in cm³ an Karl-Fischer-Lösung bei der Titration der Standardlösung

a_3 Vorgelegtes Volumen in cm³ der Standardlösung (etwa 10 cm³)

F Wirkfaktor der Karl-Fischer-Lösung in mg Wasser/cm³ (nach Abschnitt 7.1.1).

7.2. Bestimmung des Wassergehaltes der Probe

7.2.1. Etwa 10 cm³ der Standardlösung von Wasser in Methanol werden mit Karl-Fischer-Lösung austitriert (Verbrauch b_1).

Anmerkung: Die Titration der Standardlösung dient der Bestimmung des Wirkfaktors der Karl-Fischer-Lösung und außerdem der Vorbereitung einer genügend großen Menge an flüssiger Phase (etwa 10 cm³ Standardlösung und etwa 20 cm³ Karl-Fischer-Lösung) zur Herstellung einer Suspension des pulverförmigen Kunststoffes für die Wasserbestimmung nach Abschnitt 7.2.2.

7.2.2. Eine den Angaben in der folgenden Tabelle entsprechende Menge der Probe (Einwaage E_2) wird sofort nach der Titration nach Abschnitt 7.2.1 in die austitrierte Lösung gegeben und unter Rühren (mit Hilfe des Magnetrührers) austitriert (Verbrauch b_2).

Zu erwartender Wassergehalt der Probe %	Einwaage g
0,02 bis 0,1	10 bis 5
über 0,1 bis 1	5 bis 1
über 1	1 bis 0,5

8. Auswertung

Der Wassergehalt in % ist:

$$\text{Wassergehalt} = \frac{S \cdot b_2 \cdot b_3}{b_1 \cdot E_2} \cdot 100$$

Hierin bedeuten:

b_1 Verbrauch in cm³ an Karl-Fischer-Lösung bei der Titration der Standardlösung (nach Abschnitt 7.2.1)

b_2 Verbrauch in cm³ an Karl-Fischer-Lösung bei der Titration der Probe (nach Abschnitt 7.2.2)

b_3 Vorgelegtes Volumen in cm³ der Standardlösung (etwa 10 cm³)

S Wassergehalt der Standardlösung in mg Wasser/cm³

E_2 Einwaage in mg

9. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Bezeichnung des pulverförmigen Kunststoffes

Wassergehalt in %, Einzelwerte und Mittelwert

Von der Norm abweichende vereinbarte Bedingungen

Prüfdatum

Schrifttum:

- [1] Fischer, K.: Z. Angew. Chem. 48 (1935), S. 394
- [2] Mitchell, J. und Smith, D. M.: Aquametry, Interscience Publ. Inc. (New York/London) 1948
- [3] Eberius, E.: Wasserbestimmung mit Karl-Fischer-Lösung. Weinheim/Bergstraße: Verlag Chemie GmbH 1958

Erläuterungen

Die vorliegende Norm wurde vom FNK/FNM-Arbeitsausschuß 4.1 „Analyseverfahren“ ausgearbeitet.

Das in dieser Norm angegebene Verfahren zur Bestimmung des Wassergehaltes gilt nur für pulverförmige Kunststoffe. Es ist, wie auch andere Verfahren zur Bestimmung des Wassergehaltes, nicht für jeden Kunststoff geeignet. Durch dieses Verfahren wird bei einigen Kunststoffen der gesamte, bei anderen nur ein Teil des Wassergehaltes bestimmt. Entscheidend ist, daß bei Prüfung des Wassergehaltes reproduzierbare Werte gefunden werden, die es gestatten, Kunststoffe auf ihre Gleichmäßigkeit bei nacheinanderfolgenden Lieferungen zu kontrollieren und ihr voraussichtliches Verhalten bei der Verarbeitung zu beurteilen. Da in der Literatur wie auch in DIN 51 777 Blatt 1 und Blatt 2 die Bestimmung des Wassergehaltes nach Karl Fischer ausführlich beschrieben worden ist, wurde in dieser Norm nur das Verfahren bei Verwendung eines Titrierautomaten angegeben, das ein schnelles (etwa 3 Minuten für eine Wasserbestimmung einschließlich Einwaage und Auswertung) und reproduzierbares Arbeiten mit angelerntem Laborpersonal ermöglicht.

Die Abweichungen gegenüber den Angaben in DIN 51 777 Blatt 1 und Blatt 2 sind durch den zu prüfenden Stoff bedingt.