

Prüfung von Kunststoffen
Bestimmung des Essigsäuregehaltes
von nicht weichgemachtem Celluloseacetat

DIN
53 730

Testing of plastics; determination of acetic acid yield of unplasticized cellulose acetate

Zusammenhang mit einer in Vorbereitung befindlichen ISO-Empfehlung, siehe Erläuterungen.

1. Zweck und Anwendung

Die Verfahren nach dieser Norm (Verfahren A und Verfahren B) dienen zum Bestimmen des Essigsäuregehaltes von nicht weichgemachtem Celluloseacetat. Als Essigsäuregehalt wird nach dieser Norm diejenige Menge Essigsäure in g je 100 g trockenes Celluloseacetat bestimmt, welche der für die vollständige Verseifung des Celluloseacetates notwendigen Menge Natriumhydroxid entspricht. Die Fehlergrenze der Verfahren beträgt $\pm 0,2$ Gew.-%, bezogen auf den erhaltenen Mittelwert.

Die Verfahren sind nicht anwendbar auf Celluloseacetate, die sich nicht verseifen lassen, sowie auf Celluloseacetate mit Zusätzen, welche die Prüfung beeinflussen. Bei Anwesenheit solcher Zusätze, z. B. von Weichmachern, Füllstoffen und Farbstoffen, sind diese nach einem zu vereinbarenden Verfahren vorher abzutrennen.

2. Kurzbeschreibung der Verfahren

2.1. Verfahren A

Das zu prüfende Celluloseacetat wird im feinzerkleinerten Zustand mit einer Mischung von Aceton und wäßriger Natronlauge behandelt. Durch Titration wird die für die Verseifung verbrauchte Natriumhydroxidmenge ermittelt.

2.2. Verfahren B

Das zu prüfende Celluloseacetat wird in Dimethylsulfoxid gelöst. Nach Zugabe von wäßriger Natronlauge wird durch Titration die für die Verseifung verbrauchte Natriumhydroxidmenge ermittelt.

Anmerkung: Beim Umgang mit Dimethylsulfoxid ist wegen möglicher gesundheitsschädigender Wirkung Vorsicht geboten.

3. Probenahme und Vorbereitung der Probe

Aus dem zu prüfenden Celluloseacetat wird eine Durchschnittsprobe entnommen. Bei Prüfung nach Verfahren A wird das Celluloseacetat so zerkleinert, daß auf Prüf-siebewebe 0,071 DIN 4188 kein Rückstand verbleibt.

Der Feuchtegehalt des zu prüfenden Celluloseacetates wird nach DIN 53723 Blatt 1 bestimmt.

4. Anzahl der Bestimmungen

Es sind zwei Bestimmungen durchzuführen.

5. Gerät

5.1. Prüfgerät für Verfahren A

250-ml-Erlenmeyer-Kolben mit Schliffstopfen
100-ml-Meßzylinder mit Skalenteilung 1 ml
50-ml-Bürette mit Skalenteilung 0,1 ml, z. B. nach DIN 12700 oder DIN 12701
Waage mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,0001$ g

5.2. Prüfgerät für Verfahren B

250-ml-Erlenmeyer-Kolben mit Schliffstopfen
50-ml-Meßzylinder mit Skalenteilung 1 ml
50-ml-Bürette mit Skalenteilung 0,1 ml, z. B. nach DIN 12700 oder DIN 12701
Waage mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,0001$ g
Thermostat für eine Temperatur von $80^\circ\text{C} \pm 2$ grad
Laboratoriumsrührwerk, vorzugsweise Magnetrührwerk

6. Prüfmittel

6.1. Prüfmittel für Verfahren A

Aceton, zur Analyse
Destilliertes Wasser, zum Entfernen von Kohlendioxid frisch aufgekocht und dann abgekühlt.
Phenolphthalein-Lösung, äthanolisch, 10 g/l
Natronlauge, 0,5 n, wäßrig, carbonatfrei
Natronlauge, etwa 1 n, wäßrig
Schwefelsäure, etwa 1 n

Anmerkung: Um sicherzustellen, daß beim Blindversuch ein positiver Wert bei der Rücktitration erhalten wird, sollte die Normalität der Schwefelsäure größer sein als die Normalität der etwa 1 n Natronlauge.

6.2. Prüfmittel für Verfahren B

Dimethylsulfoxid, zur Analyse, schwächer gefärbt als eine wäßrige 0,00005 n Jod-Lösung.
Phenolphthalein-Lösung, äthanolisch, 10 g/l
Natronlauge, 0,5 n, wäßrig, carbonatfrei
Schwefelsäure, 0,5 n

7. Durchführung

7.1. Verfahren A

1,5 g $\pm 0,1$ g des zu prüfenden Celluloseacetates (Einwaage) werden auf 0,001 g in den 250-ml-Erlenmeyer-Kolben eingewogen und durch Schütteln gleichmäßig auf dem Boden des Kolbens verteilt. Anschließend werden, ohne den Kolben vom Labortisch zu nehmen, 15 ml Wasser in den Kolben gegeben, wobei man das Wasser an den Innenwänden des Kolbens ablaufen läßt, um eine gleichmäßige Verteilung der Probe am Boden sicherzustellen. Dann werden 65 ml Aceton zugegeben. Um Klumpenbildung zu vermeiden, werden zunächst 10 ml Aceton sehr langsam zugegeben, wobei man das Aceton an den Innenwänden des Kolbens ablaufen läßt und den Kolben dreht, ohne ihn vom Labortisch zu nehmen. Der Kolben wird 30 Minuten lang stehen gelassen. Danach wird entweder 3 Stunden lang geschüttelt oder über Nacht stehen gelassen. Unter ständigem Rühren werden 25 ml Natron-

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 2

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

lauge (etwa 1 n) zugegeben. Der Inhalt des Kolbens wird 3 Stunden lang geschüttelt. Nach dieser Zeit wird der Stopfen des Kolbens mit Wasser abgespült, wobei etwa 50 ml Wasser zum Inhalt des Kolbens gegeben werden. Nach Zugabe von 25 ml Schwefelsäure (etwa 1 n) und etwa 0,5 ml Phenolphthalein-Lösung wird stehen gelassen, gegebenenfalls unter Schütteln, bis irgendwelche Anzeichen einer Rosafärbung vom unlöslichen Anteil verschwunden sind. Anschließend wird mit 0,5 n Natronlauge titriert (Verbrauch a in ml). In gleicher Weise, jedoch ohne Probe, werden zwei Blindversuche durchgeführt (Verbrauch b in ml).

7.2. Verfahren B

1,5 g $\pm$ 0,1 g des zu prüfenden Celluloseacetates (Einwaage) werden auf 0,001 g in den 250-ml-Erlenmeyer-Kolben eingewogen, der 50 ml Dimethylsulfoxid, abgemessen mit dem Meßzylinder, enthält. Der Kolben wird in den auf eine Temperatur von 80 °C $\pm$ 2 grd eingestellten Thermostaten gebracht und, unter häufigem Schütteln, so lange in diesem belassen, bis die Probe vollständig gelöst ist. Der Kolben wird aus dem Thermostaten genommen und auf Raumtemperatur abgekühlt. Mit der Bürette werden 47 ml 0,5 n Natronlauge zugegeben. Um einen feinteiligen Niederschlag zu erhalten, werden zunächst 46 ml dieser Natronlauge-menge ziemlich schnell und unter kräftigem Rühren zugegeben. Dann wird gewartet, bis sich der Flüssigkeitsspiegel in der Bürette nachgestellt hat, und der Rest der Natronlauge-menge tropfenweise zugegeben. Um die Verseifung durchzuführen, wird der Inhalt des Kolbens 3 Stunden lang mit einem Laborrührwerk, vorzugsweise mit einem Magnetrührer, gerührt. Dabei ist so weit wie möglich zu vermeiden, daß die Lösung mit dem Hals des Kolbens in Berührung kommt. Der Stopfen und die Innenwände des Kolbens werden sorgfältig mit Wasser abgespült und 50 ml 0,5 n Schwefelsäure zugegeben. Die Lösung wird 30 Minuten lang mit

dem Rührwerk gerührt und die überschüssige Schwefelsäure in Gegenwart von Phenolphthalein mit 0,5 n Natronlauge zurücktitriert (Verbrauch a in ml). Bei der Titration wird kräftig geschüttelt, um das Celluloseacetat in suspendiertem Zustand zu halten. In gleicher Weise, jedoch ohne Probe, werden zwei Blindversuche durchgeführt (Verbrauch b in ml).

8. Auswertung

Der Essigsäuregehalt in Gew.-%, bezogen auf trockenes Celluloseacetat, wird nach folgender Zahlenwertgleichung berechnet:

$$\text{Essigsäuregehalt} = \frac{60 \cdot 0,5 \cdot (a - b)}{1000 \cdot E} \cdot 100 = \frac{3(a - b)}{E}$$

Hierin bedeuten:

- a Verbrauch in ml an Natronlauge bei der Titration der Probe
- b Verbrauch in ml an Natronlauge beim Blindversuch
- E Einwaage in g an trockenem Celluloseacetat, berechnet aus der tatsächlichen Einwaage und dem ermittelten Feuchtegehalt

9. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Bezeichnung des Celluloseacetates

Vorbehandlung der Probe

Essigsäuregehalt in Gew.-% (Mittelwert), auf 0,1 Gew.-% gerundet, unter Angabe, ob nach Verfahren A oder Verfahren B geprüft wurde

Prüfdatum.

Erläuterungen

Die vorliegende Norm stimmt sachlich überein mit dem als ISO-Empfehlung verabschiedeten ISO¹⁾-Entwurf ISO/DR 1597 (Januar 1968) „Plastics. Determination of acetic acid yield of unplasticized cellulose acetate“ — „Matières plastiques. Détermination du titre en acide acétique de l'acetate de cellulose non plastifié“ — „Kunststoffe. Bestimmung des Essigsäuregehaltes von nicht weichgemachtem Celluloseacetat“.

¹⁾ ISO = International Organization for Standardization