

Visuelle Bestimmung der Schmelztemperatur von teilkristallinen Kunststoffen

DIN
53 736

Testing of plastics; determination of the melt temperature of semi-crystalline plastics

Zusammenhang mit der von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Empfehlung ISO/R 1218-1970, siehe Erläuterungen.

1. Zweck und Anwendung

Die Verfahren A und B nach dieser Norm dienen der visuellen Bestimmung der Schmelztemperatur von teilkristallinen Kunststoffen.

2. Begriff

Schmelztemperatur im Sinne dieser Norm ist die Temperatur, bei der eine erste sichtbare Verformung der Probe eintritt meist kenntlich durch das Verschwinden der Ränder der Probeteilchen oder durch eine Veränderung der optischen Eigenschaften der Probe.

Anmerkung: Der Begriff Schmelztemperatur wird verwendet, weil sich der Schmelzvorgang bei hochmolekularen Stoffen — im Gegensatz zu niedermolekularen Stoffen, die bei einer bestimmten Temperatur schmelzen — über einen Temperaturbereich erstreckt.

3. Kurzbeschreibung der Verfahren

Die Probe befindet sich während der Messung der Temperatur entweder in einem Kapillarrohr in einer Heizkammer (Verfahren A) oder fein verteilt auf einem Objektträger unter einem Deckglas in einem Heitzisch-Mikroskop (Verfahren B 1) bzw. Heitzisch-Polarisationsmikroskop (Verfahren B 2).

4. Probenahme und Vorbereitung der Probe

Aus dem zu prüfenden Kunststoff wird eine Durchschnittsprobe entnommen und diese zerkleinert ¹⁾.

Anmerkung: Vorzugsweise sollen für die Bestimmung der Schmelztemperatur Pulver von einer Teilchengröße bis 100 µm oder Dünnschnitte bzw. Folien mit Dicken von 10 bis 20 µm verwendet werden. Vergleichsprüfungen sollen an Proben mit gleicher bzw. ähnlicher Teilchengröße durchgeführt werden.

5. Anzahl der Bestimmungen

Es sind mindestens 2 Bestimmungen durchzuführen.

6. Prüfgeräte ²⁾

6.1. Prüfgeräte für Verfahren A Heizkammer (siehe Bild)

Aufbau:

Zylindrischer Metallblock, dessen oberer Teil hohl ist (Kammer), mit einem regelbaren elektrischen Heizsystem. Um die Kammer befinden sich 4 Fenster aus hitzebeständigem Glas. Vor einem dieser Fenster ist eine Lupe und vor den anderen 3 Fenstern sind Lampen zur Beleuchtung des Inneren der Kammer angebracht. Metallstopfen mit 2 oder mehreren Bohrungen.

In die eine Bohrung wird das Thermometer und in die andere Bohrung das Kapillarrohr mit der Probe eingesetzt. Bei Verwendung eines Metallstopfens mit mehr als 2 Bohrungen kann eine entsprechende Anzahl von Kapillarrohren mit Proben in die Kammer eingesetzt werden. Ein solcher Metallstopfen ermöglicht die Bestimmung der Schmelztemperaturen mehrerer Proben in einem Arbeitsvorgang.

Die Schmelztemperaturen dieser Proben müssen differieren, da durch die Lupe jeweils nur eine Probe genau beobachtet werden kann.

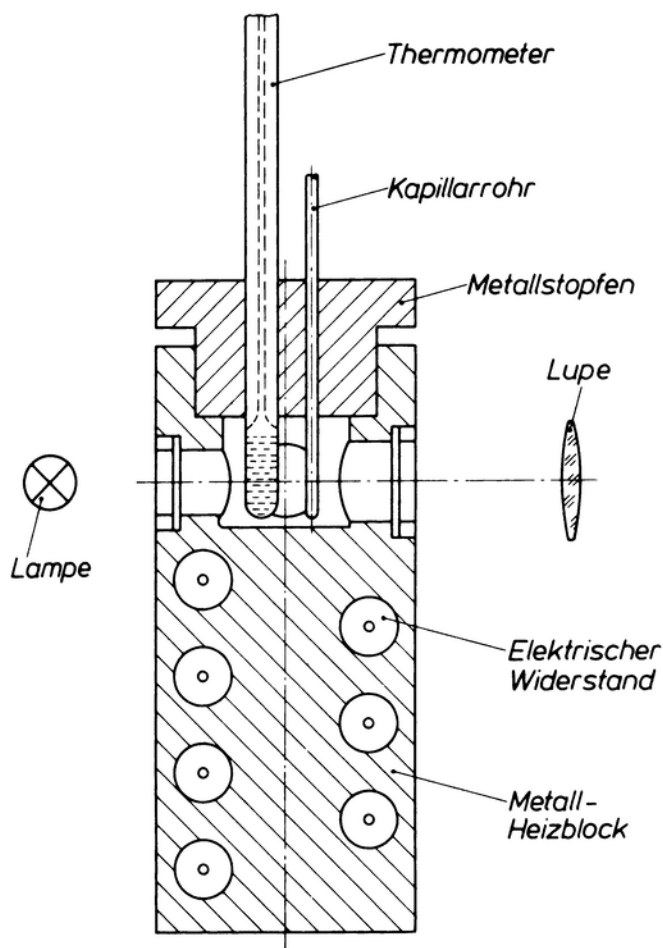
Anmerkung: Die Heizkammer entspricht dem in der ISO-Empfehlung ISO/R 1218-1970 beschriebenen Gerät. Es kann auch ein anderes Kapillarrohr-Schmelzpunktgerät verwendet werden, das vergleichbare Ergebnisse liefert.

¹⁾ Siehe DIN 53 733 (z. Z. noch Entwurf).

²⁾ Über die Bezugsquellen erteilt der Fachnormenausschuß Kunststoffe (FNK) im DNA, 1 Berlin 30, Burggrafenstraße 4-7, Auskunft.

Fortsetzung Seite 2 und 3
Erläuterungen Seite 3

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



Kapillarrohr aus hitzebeständigem Glas, an einem Ende zugeschmolzen.

Außendurchmesser: höchstens 1,5 mm

Thermometer für einen Temperaturbereich von 20 bis 300 °C und mit Skalenwerten 1 °C.

6.2. Prüfgeräte für Verfahren B 1 und B 2

Heiztisch mit regelbarem elektrischen Heizsystem, Thermometer bzw. Thermoelement und einer Vorrichtung zum Anbau an ein Mikroskop. Durch eine Öffnung wird die Probe auf dem Objektträger mit dem Deckglas in den Heiztisch eingesetzt.

Beleuchtungseinrichtung, falls diese nicht in den Heiztisch oder in das Mikroskop eingebaut ist.

Mikroskop für etwa 100fache Vergrößerung, für Verfahren B 2 mit Polarisationsvorrichtung
Objektträger

Abmessungen: 38 mm x 26 mm x 1 mm oder
76 mm x 26 mm x 1 mm

Deckglas

Präpariernadel

7. Prüfmittel 2)

Eichsubstanzen 3):

Azobenzol z. A., Schmelzpunkt 69,0 °C

Benzil z. A., Schmelzpunkt 96,0 °C

Phenacetin z. A., Schmelzpunkt 136,0 °C

Sulfanilamid z. A., Schmelzpunkt 165,7 °C

Saccharin z. A., Schmelzpunkt 229,4 °C

oder andere entsprechend reine Verbindungen mit bekanntem Schmelzpunkt.

8. Durchführung

8.1. Einstellen der Geräte (Verfahren A, B 1 und B 2)

Vor dem ersten Gebrauch oder auch nach dem Wechsel des Thermometers bzw. Thermoelementes werden die in Abschnitt 6 beschriebenen Geräte mit Eichsubstanzen, deren Schmelzpunkte im Bereich der zu messenden Schmelzpunkte der Proben liegen, gemäß den Angaben in den Abschnitten 8.2, 8.3 und 8.4 eingestellt.

Anmerkung: Wird eine systematische Abweichung von den angegebenen Schmelzpunkten der verwendeten Eichsubstanzen gemessen, so ist das Thermometer auszuwechseln oder der Korrekturwert zu ermitteln.

8.2. Verfahren A

In die Heizkammer werden das Kapillarrohr mit der Probe und das Thermometer eingesetzt. Anschließend wird die elektrische Heizvorrichtung eingeschaltet. Ist eine Temperatur von etwa 20 °C unterhalb der zu erwartenden Schmelztemperatur der Probe erreicht, so wird ein Temperaturanstieg von $(2 \pm 0,5)$ °C/min eingestellt. Die Temperatur, bei der die Probenform sich zu verändern beginnt, wird abgelesen.

Anschließend wird die Bestimmung an einer 2. Probe desselben Kunststoffes wiederholt. Weichen die Ergebnisse bei einer Schmelztemperatur unter 200 °C um mehr als 3 °C und bei einer Schmelztemperatur über 200 °C um mehr als 5 °C voneinander ab, so muß die Prüfung wiederholt werden.

8.3. Verfahren B 1

Die Probe wird auf die Mitte des Objektträgers gebracht und mit der Präpariernadel so verteilt, daß in der Durchsicht die einzelnen Teilchen beobachtet werden können. Anschließend wird der Objektträger mit der Probe mit einem Deckglas abgedeckt und beides in den Heiztisch eingeführt. Nun wird die Probe im Blickfeld des Mikroskops zentriert und das Mikroskop scharf darauf eingestellt. Danach wird die Heizvorrichtung eingeschaltet. Ist eine Temperatur von etwa 20 °C unterhalb der zu erwartenden Schmelztemperatur der Probe erreicht, so wird ein Temperaturanstieg von höchstens 2 °C/min einreguliert. Die Temperatur, bei der die Probenform sich zu verändern beginnt, wird abgelesen.

Anschließend wird die Bestimmung an einer 2. Probe desselben Kunststoffes wiederholt. Weichen die Ergebnisse bei einer Schmelztemperatur unter 200 °C um mehr als 1 °C und bei einer Schmelztemperatur über 200 °C um mehr als 3 °C voneinander ab, so muß die Prüfung wiederholt werden.

8.4. Verfahren B 2

Die Durchführung entspricht teilweise den Angaben im Abschnitt 8.3, jedoch mit den folgenden Abweichungen: Mit Hilfe des Analysators wird der Untergrund des Blickfeldes dunkel eingestellt. Die Kunststoff-Teilchen erscheinen dann hell auf dunklem Grund. Beim Erreichen der Schmelztemperatur werden jetzt die Kunststoff-Teilchen dunkel wie der Untergrund.

Bei der Untersuchung von Folien oder Dünnschnitten empfiehlt es sich, eine Kante des Folienstücks in das Blickfeld zu bringen, da so daß dann ebenfalls das helle Folienstück vor dem dunklen Untergrund beobachtet werden kann. Die Temperatur bei der die beschriebenen Helligkeitsänderungen bzw. bei Verwendung eines Gipsplättchens Farbumschläge auftreten, wird abgelesen.

2) Siehe Seite 1

3) Angaben über weitere Eichsubstanzen siehe „Anhang 1, Schritt 1 der chemischen Analyse“, Bd. 11, H. 3 (1969), S. 430