

Bestimmung des Gehaltes an extrahierbaren Bestandteilen

DIN
53 738

Testing of plastics; determination of the percentage of extractable matter

In dieser Norm bedeutet % Gewichtsprozent.

1. Zweck und Anwendung

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung der Bestandteile von Kunststoffen und daraus hergestellten Erzeugnissen, die durch Flüssigkeiten extrahiert werden können. Die extrahierbaren Bestandteile können aus Monomeren, Oligomeren, Weichmachern, Stabilisatoren u. a. bestehen.

Die anzuwendende Extraktionsflüssigkeit richtet sich nach dem zu prüfenden Kunststoff und nach dem Ziel der Untersuchung.

Der Gehalt an extrahierbaren Bestandteilen hat Einfluß auf die physikalischen und chemischen Eigenschaften eines Kunststoffes (z. B. Weichmacher auf seine Härte, Oligomere auf seine chemische Beständigkeit u. a.), und seine Bestimmung ist wichtig für die Beurteilung von Kunststoff-Erzeugnissen.

2. Probenahme und Probenvorbereitung

Der Kunststoff oder das Kunststoff-Erzeugnis wird gereinigt und anschließend zerkleinert¹⁾, wobei das Material nicht unnötig erhitzt werden darf. Der durch Drahtsiebboden 0,5 nach DIN 4188 begrenzte Korngrößenanteil wird als Probe bis zur Durchführung der Prüfung in einer dicht verschlossenen Flasche aufbewahrt. Bei Folien von Dicken bis 0,5 mm ist die Zerkleinerung und Siebung nicht erforderlich.

3. Anzahl der Bestimmungen

Es sind mindestens 2 Bestimmungen durchzuführen.

4. Prüfgeräte und Prüfmittel²⁾

4.1. Prüfgeräte

Zerkleinerungsgerät

Sieb mit Drahtsiebboden 0,5 nach DIN 4188

Stehkolben geeigneter Größe nach DIN 12 348

Extraktor nach Soxhlet, 100 cm³, nach DIN 12 602

Anmerkung: Für Extraktionen, bei denen eine bessere Temperaturkonstanz erforderlich ist, wird der Mantel-Soxhlet-Extraktor empfohlen. Wenn die Probe besonders heiß extrahiert werden soll, kann der Soxhlet-Extraktor durch einen solchen nach Twisselmann ersetzt werden.

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.

Extraktionshülse 28 × 105 DIN 12 449 Papierfaserstoff, Metalldrahtküvette oder Glasfiltertiegel

Anmerkung: Bei der Auswahl des geeigneten Extraktionsgefäßes ist folgendes zu beachten:

Das Gewicht der Extraktionshülse aus Papierfaserstoff ist feuchteabhängig, was bei der Auswaage Ungenauigkeiten verursachen kann. Die Metalldrahtküvette darf dann nicht eingesetzt werden, wenn die Probe feinkörnige Bestandteile enthält oder die Reaktion eines Kunststoffbestandteils mit dem Metall zu befürchten ist. Mit dem Glasfiltertiegel können sich Schwierigkeiten dadurch ergeben, daß Kunststoffbestandteile in die Poren des Filters eindringen, darin quellen und sich nur schwer wieder daraus entfernen lassen.

Rückflußkühler, z. B. Kugelkühler 200 Ns 35/40x NS 35/40 DIN 12 581

Gerät zum Heizen des Kolbens, z. B. Heizhaube

Waage mit einer Fehlergrenze von ± 0,001 g (Analysenwaage)

Exsikkator mit einem Trocknungsmittel, z. B.

Calciumchlorid oder Silicagel

Wasserbad

Vigreux-Destillationskolonne, 40 cm lang

Vakuum-Trockenschrank oder anderer Wärmeschrank Abdampfschale, z. B. 200 cm³

4.2. Prüfmittel

Die anzuwendende Extraktionsflüssigkeit richtet sich nach dem zu prüfenden Kunststoff und dem Ziel der Untersuchung.

Sofern nichts anderes vereinbart oder in den technischen Lieferbedingungen festgelegt ist, sind die im Anhang angegebenen Extraktionsflüssigkeiten zu verwenden.

Anmerkung: Es kann in manchen Fällen zweckmäßig sein, den zu untersuchenden Kunststoff nacheinander mit verschiedenen Extraktionsflüssigkeiten zu extrahieren.

5. Durchführung

5.1. Die Extraktionshülse, Metalldrahtküvette oder der Glasfiltertiegel wird bei 40 bis 60 °C 1 Stunde lang im Vakuum-Trockenschrank getrocknet und anschließend bis zur Angleichung an die Raumtemperatur im Exsikkator über Calciumchlorid gelagert. Dann wird eine Probe von 1 bis 10 g auf 0,001 g in die Extraktionshülse, Metalldrahtküvette oder den Glasfiltertiegel eingewogen und diese anschließend in den Extraktor eingesetzt. In den

Erläuterungen siehe Originalfassung der Norm

Fortsetzung Seite 2

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

Kolben werden etwa 150 bis 300 cm³ Extraktionsflüssigkeit gefüllt. Nach dem Zusammensetzen des Extraktionsgerätes wird die Beheizung so einreguliert, daß 4 bis 8 Überläufe je Stunde stattfinden. Die Extraktionsdauer beträgt in der Regel 8 bis 16 Stunden. Sie ist zwischen Lieferer und Abnehmer zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben.

5.2. Nach der Extraktion wird die Extraktionshülse, Metalldrahtküvette oder der Glasfiliertiegel mit der Probe aus dem Extraktor genommen, je nach der verwendeten Extraktionsflüssigkeit bei einer Temperatur zwischen 40 und 60 °C eine Stunde lang im Vakuum-Trockenschrank getrocknet und im Exsikkator bis zur Angleichung an Raumtemperatur gelagert. Anschließend wird die Extraktionshülse, Metalldrahtküvette oder der Glasfiliertiegel mit der Probe auf 0,001 g gewogen.

5.3. Die Extraktionsflüssigkeit im Kolben kann über eine Destillationskolonne oder einen Rotationsverdampfer bis auf etwa 20 cm³ abdestilliert oder direkt in die Abdampfschale übergeführt werden. Nach dem Destillieren wird der Kolbeninhalt in eine vorher getrocknete und gewogene Abdampfschale übergeführt, der Kolben dreimal mit 4 bis 5 cm³ Extraktionsflüssigkeit gespült und die Spülflüssigkeiten ebenfalls in die Abdampfschale gegeben. Nun wird die Abdampfschale auf ein Wasserbad gesetzt und das Extraktionsmittel bis zur Trockne abgedampft. Danach wird die Abdampfschale mit dem Extrakt bei 40 °C im Vakuum-Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Werden andere Trocknungsbedingungen (Wärmeschrank, Trocknungszeit) angewendet, so ist dies zwischen Lieferer und Abnehmer zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben.

Anmerkung: Bei Verwendung einer höhersiedenden Extraktionsflüssigkeit ist eine höhere Trocknungstemperatur zu wählen. Für den Fall stärkerer Retention der Extraktionsflüssigkeit in der Probe ist zu berücksichtigen, daß Extraktionsflüssigkeit in der Probe zurückbleiben kann. Dies beeinflußt die Auswertung.

Die Abdampfschale wird bis zur Angleichung an die Raumtemperatur im Exsikkator gelagert und anschließend auf 0,001 g gewogen.

Anhang

Nachfolgend ist für einige Kunststoffe unter Berücksichtigung der Prüfaufgabe die jeweils geeignete Extraktionsflüssigkeit aufgeführt. Dabei ist zu berücksichtigen, daß das Ergebnis der Extraktion keine Differenzierung nach Art und Menge der extrahierbaren Bestandteile erlaubt, sondern die Summe der extrahierbaren Bestandteile angibt. Für die Unterscheidung nach der Art und deren Menge sind weitergehende Analysenverfahren heranzuziehen.

Art des Kunststoffes oder des Kunststoff-Erzeugnisses	Hauptbestandteile des Extraktes	Extraktionsflüssigkeit	Bestehende Norm
Weichmacherhaltige Polyvinylchloride	Monomerweichmacher Polymerweichmacher	Diäthyläther Tetrachlorkohlenstoff; anschließend Diäthyläther	— —
Vinylchlorid-Polymerisate Polyamide	Emulgator Monomere und/oder Oligomere	Methanol Methanol	— DIN 53 740 (z. Z. noch Entwurf)
weichmacherhaltige Polyamide Polypropylen Celluloseester Phenolharze (Formmassen und Formstoffe)	Weichmacher ataktische Anteile Weichmacher Ungehärtete Bestandteile	Methanol n-Heptan Diäthyläther Aceton	— — — DIN 53 700 und DIN 53 710
ungesättigte Polyesterharze Polystyrol	Styrol methanollöslicher Anteil	Aceton Methanol	DIN 53 710

6. Auswertung

Der Gehalt an extrahierbaren Bestandteilen in % wird berechnet nach folgenden Gleichungen:

$$a) \text{ Gehalt an extrahierbaren Bestandteilen} = \frac{E - A_1}{E} \cdot 100$$

Bei dieser Berechnung werden die leichtflüchtigen extrahierbaren Bestandteile miterfaßt.

$$b) \text{ Gehalt an extrahierbaren Bestandteilen} = \frac{A_2}{E} \cdot 100$$

Bei dieser Berechnung bleiben Verluste an leichtflüchtigen extrahierbaren Bestandteilen unberücksichtigt.

Hierin bedeutet:

E Einwaage der Probe in g in die Extraktionshülse, Metalldrahtküvette oder den Glasfiliertiegel

*A*₁ Auswaage der nicht extrahierbaren Bestandteile in g in der Extraktionshülse, Metalldrahtküvette oder dem Glasfiliertiegel nach der Extraktion

*A*₂ Auswaage der extrahierbaren Bestandteile in g in der Abdampfschale

Wenn die Ergebnisse der Bestimmungen um mehr als 2 % relativ von ihrem Mittelwert abweichen, dann ist die Prüfung zu wiederholen.

7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Bezeichnung des Kunststoffes oder Kunststoff-Erzeugnisses

Extraktionsflüssigkeit

Extraktionsdauer

Gehalt an extrahierbaren Bestandteilen in % unter Angabe der benutzten Berechnungsformel

Mittelwert

Einzelwerte

Gegebenenfalls: Feuchte- bzw. Wassergehalt der Probe, mit Angabe des Prüfverfahrens und Abweichungen von dieser Norm

Prüfdatum.