

Lösemittel für Beschichtungsstoffe
Bestimmung von Lösemitteln
in wasserverdünnbaren Beschichtungsstoffen
Gaschromatographisches Verfahren

DIN
55682

ICS 87.060.30

Ersatz für
DIN 55682:1994-11

Solvents for paints and varnishes – Determination of solvents in
waterthinnable coating materials – Gas chromatographic method

Solvants pour peintures et vernis – Détermination des solvants
dans des peintures diluables à l'eau – Méthode par chromatographie
en phase gazeuse

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom NAB-Arbeitsausschuss 5 "Lösemittel" nach eingehenden Vorarbeiten im Arbeitskreis "Gaschromatographie" dieses Arbeitsausschusses ausgearbeitet.

Änderungen

Gegenüber DIN 55682:1994-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Im Anwendungsbereich wurde die untere Bestimmungsgrenze mit 0,02 % (Massenanteil) festgelegt.
- b) Angaben zur Präzision des Verfahrens wurden ergänzt.
- c) Die Norm wurde redaktionell überarbeitet und die Normativen Verweisungen wurden aktualisiert.

Frühere Ausgaben

DIN 55682: 1994-11

1 Anwendungsbereich

Diese Norm beschreibt ein Verfahren zur gaschromatographischen Bestimmung der Gehalte an Lösemitteln in wasserverdünnbaren Beschichtungsstoffen¹⁾, Bindemittellösungen, Emulsionen und Dispersionen.

Mit der im Abschnitt 13 angegebenen Präzision lassen sich Einzelkomponenten oberhalb von 0,02 % (Massenanteil) quantitativ bestimmen.

ANMERKUNG Die Anwendung dieser Norm setzt Grundkenntnisse der Chemie im Bereich von Lacken, Anstrichstoffen und ähnlichen Beschichtungsstoffen voraus.

1) Begriff siehe DIN EN 971-1.

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält, durch datierte oder undatierte Verweisungen, Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 51405, *Prüfung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen, verwandten Flüssigkeiten und Lösemitteln für Lacke und Anstrichstoffe – Gaschromatographische Analyse – Allgemeine Arbeitsgrundlagen*.

DIN EN 971-1, *Lacke und Anstrichstoffe — Fachausdrücke und Definitionen für Beschichtungsstoffe — Teil 1: Allgemeine Begriffe; Dreisprachige Fassung EN 971-1:1996*.

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme (ISO 15528:2000); Deutsche Fassung EN ISO 15528:2000*.

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994)*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die in DIN 51405 angegebenen Begriffe.

4 Einheiten

Die Ergebnisse der Bestimmungen werden als Massenanteil in % angegeben.

5 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Komponenten, die in einer Probe des zu prüfenden Produktes enthalten sind, werden nach der Probenvorbereitung gaschromatographisch getrennt. Je nach Art des Produktes stehen als Probenaufgabesysteme ein Heißaufgabesystem und ein Kaltaufgabesystem zur Wahl. Nach der Identifizierung wird der Massenanteil der Komponenten mit Hilfe der Peakflächen nach dem Verfahren des internen Standards bestimmt.

6 Geräte

6.1 Gaschromatograph

6.1.1 Allgemeines

Der Gaschromatograph entspricht DIN 51405. Er muss für den Betrieb mit Kapillartrennsäulen geeignet sein und den in 6.1.2 bis 6.1.4 festgelegten Bedingungen genügen.

Alle mit der zu untersuchenden Probe in Berührung kommenden Teile des Gerätes müssen gegenüber dieser beständig sein (z. B. aus Glas bestehen) und dürfen diese nicht chemisch verändern.

6.1.2 Probenaufgabesysteme

Das Verfahren sieht wahlweise zwei Probenaufgabesysteme (Injektorsysteme) vor:

- Heißaufgabesystem mit Probenteiler;
- Kaltaufgabesystem mit Probenteiler.

Zur Auswahl des Probenaufgabesystems siehe Abschnitt 9.

6.1.2.1 Heißaufgabesystem

Das System muss einen temperatureinstellbaren Injektorblock mit Probenteiler (Splitbetrieb) aufweisen. Die Temperatur muss auf 1 °C einstellbar sein. Das Teilungsverhältnis (Splitverhältnis) muss einstellbar und überprüfbar sein. Um nichtflüchtige Bestandteile zurückzuhalten, sollte der Probenteilereinsatz silanisierte Glaswolle enthalten. Um Fehler durch Bindemittel- oder Pigmentrückstände (z. B. Adsorption von Lösemitteln) auszuschließen, muss der Probenteilereinsatz bei Bedarf gereinigt und mit einer neuen Füllung versehen bzw. durch einen neuen ersetzt werden. Adsorptionserscheinungen äußern sich z. B. durch unsymmetrische Peaks ("Peak-tailing") insbesondere der schwerflüchtigen Komponenten.

6.1.2.2 Kaltaufgabesystem²⁾

Das Kaltaufgabesystem muss von Raumtemperatur bis 300 °C programmiert aufheizbar sein und einen mit silanisierter Glaswolle versehenen Probenteilereinsatz, z. B. aus Glas, besitzen, der, wie in 6.1.2.1 beschrieben, zu behandeln ist. Das Teilungsverhältnis muss auch hier einstellbar und überprüfbar sein.

6.1.2.3 Automatisierte Probenaufgabesysteme

Zur Erhöhung der Präzision des Verfahrens sollten die genannten Aufgabesysteme, besonders das Heißaufgabesystem, mit einem automatischen Aufgabesystem (Autoinjektor) gekoppelt werden. Dabei ist nach den Angaben des Herstellers vorzugehen.

6.1.3 Ofen

Der Ofen muss zwischen 40 °C und 300 °C sowohl isotherm betreibbar als auch programmiert aufheizbar sein. Die Ofentemperatur muss auf 1 °C einstellbar sein. Die Endtemperatur des Temperaturprogramms darf die maximale Betriebstemperatur der eingesetzten Trennsäule (siehe Angaben des Herstellers) nicht überschreiten.

6.1.4 Detektor

Zur Detektion wird ein Flammenionisationsdetektor (FID) eingesetzt, der bei Temperaturen bis 300 °C betrieben werden kann. Die Detektortemperatur sollte, um Kondensationserscheinungen zu verhindern, mindestens 10 °C über der maximalen Ofentemperatur liegen. Detektorgasversorgung, Einspritzmenge, Teilungsverhältnis und Verstärkereinstellung sind so zu optimieren, dass die zur Berechnung verwendeten Signale (Peakflächen) proportional zur Substanzmenge sind.

Werden für die Identifizierung der getrennten Komponenten Massenspektrometer, massenselektive Detektoren oder Fourier-Transform-Infrarotspektrometer (FT-IR-Spektrometer) verwendet, so sind diese nach Angabe der Hersteller mit dem Gaschromatographen zu koppeln und zu betreiben.

6.1.5 Kapillartrennsäule²⁾

Die Kapillartrennsäule besteht aus Glas oder Quarzglas ("fused silica"). Es sollten für die Anfertigung von Übersichtschromatogrammen Kapillartrennsäulen, z. B. von 50 m Länge und 0,2 mm Innendurchmesser, belegt mit Polydimethylsiloxan bzw. Polyethylenglykol (Filmdicke 0,2 µm), verwendet werden. Je nach Trennproblem sind stationäre Phase und Säulenlänge zu variieren (siehe Beispiele in 10.1). Die Auflösung R der zu trennenden Peaks sollte mindestens 1,5 betragen. Sie wird nach DIN 51405 bestimmt.

6.1.6 Injektionsspritze²⁾

Das Volumen der Injektionsspritze sollte zwischen 0,5 µl und 10 µl liegen, der Skalenteilungswert 0,1 µl betragen.

6.2 Schreiber

Zur Aufzeichnung des Gaschromatogramms sind Kompensationsschreiber geeignet.

6.3 Integrator

Zur Auswertung der Peakflächen ist ein elektronisches Auswertesystem (Integrator, Laborrechner) erforderlich. Die Integrationsparameter müssen bei Kalibrierung und Analyse gleich sein.

6.4 Probengefäß

Als Probengefäß eignet sich ein dicht verschließbares Gefäß, z. B. mit einer mit Polytetrafluorethylen (PTFE) beschichteten Gummimembrane, das aus chemisch inertem Material (z. B. Glas) besteht. Das Gefäß sollte zu etwa 90 % gefüllt sein.

7 Gase und Reagenzien

7.1 Gase

Siehe auch DIN 51405.

Trärgas: Helium, Stickstoff oder Wasserstoff, trocken und sauerstofffrei, Reinheit (Volumenanteil) mindestens 99,996 %.

2) Über Bezugsquellen gibt Auskunft: Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin).