

DIN 55686**DIN**

ICS 87.060.30

Ersatz für
DIN 55686:1992-02

**Lösemittel für Beschichtungsstoffe –
Ester der Essigsäure –
Gaschromatographische Bestimmung des Reinheitsgrades**

Solvents for paints and varnishes –

Acetic esters –

Gas chromatographic determination of the degree of purity

Solvants pour peintures et vernis –

Esters d'acide acétique –

Détermination du degré de pureté par chromatographie en phase gazeuse

Gesamtumfang 26 Seiten

Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Geräte und Chemikalien.....	5
6 Probenahme	7
7 Durchführung	7
8 Auswertung	9
9 Präzision des Verfahrens (nach DIN EN ISO 4259)	9
10 Prüfbericht.....	10
Anhang A (informativ) Gaschromatogramme von Estern der Essigsäure nach DIN 53246	11
Literaturhinweise	26

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom NAB-Arbeitsausschuss 5 „Lösemittel“ nach eingehenden Vorarbeiten im Arbeitskreis 5.1 „Gaschromatographie“ dieses Arbeitsausschusses ausgearbeitet.

Änderungen

Gegenüber DIN 55686:1992-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) Folgende Ester der Essigsäure wurden neu aufgenommen:

- Propylacetat
- Isopropylacetat
- 2-Ethylhexylacetat
- 1-Methoxy-2-propylacetat
- 1-Ethoxy-2-propylacetat
- Ethyldiglykolacetat
- Butyldiglykolacetat

b) Nicht identifizierte Komponenten gehen nicht mehr mit dem Korrekturfaktor 1 in die Berechnung ein, sondern mit dem Faktor der Hauptkomponente. Dies kann in Einzelfällen zu anderen Werten für den Reinheitsgrad führen.

c) Die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 55686: 1992-02

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur gaschromatographischen Bestimmung des Reinheitsgrades von folgenden Estern der Essigsäure nach DIN 53246, die als Löse- und Verdünnungsmittel in Beschichtungsstoffen¹⁾ verwendet werden^{2) 3)}.

Essigsäuremethylester CAS-Nr 79-20-9	Methylacetat
Essigsäureethylester CAS-Nr 141-78-6	Ethylacetat
Essigsäurepropylester CAS-Nr 109-60-4	Propylacetat
Essigsäureisopropylester CAS-Nr 108-21-4	Isopropylacetat

1) Begriffe siehe DIN EN ISO 4618.

2) CAS-Nr Chemical Abstracts Service Registry Number

3) Benennungen nach IUPAC-Regeln [1] sind durch **Fettdruck** gekennzeichnet.

Essigsäurebutylester ⁴⁾ CAS-Nr 123-86-4	Butylacetat ⁴⁾
Essigsäure-2-methylpropylester CAS-Nr 110-19-0	Isobutylacetat, Essigsäureisobutylester
Essigsäure-2-ethylhexylester CAS-Nr 103-09-3	2-Ethylhexylacetat
Essigsäure-1-methoxy-2-propylester CAS-Nr 108-65-6	1-Methoxy-2-propylacetat
Essigsäure-1-ethoxy-2-propylester CAS-Nr 4839-24-6	1-Ethoxy-2-propylacetat
Essigsäure-2-methoxyethylester CAS-Nr 110-49-6	Methylglykolacetat, (2-Methoxyethyl)-acetat Ethylenglykolmonomethyletheracetat
Essigsäure-2-ethoxyethylester CAS-Nr 111-15-9	Ethylglykolacetat, (2-Ethoxyethyl)-acetat Ethylenglykolmonoethyletheracetat
Essigsäure-2-butoxyethylester ⁴⁾ CAS-Nr 112-07-2	Butylglykolacetat ⁴⁾ , (2-Butoxyethyl)-acetat Ethylenglykolmonobutyletheracetat
Essigsäure-2-(2-ethoxyethoxy)-ethylester CAS-Nr 112-15-2	Ethylidiglykolacetat, 2-(2-Ethoxyethoxy)ethylacetat
Essigsäure-2-(2-butoxyethoxy)-ethylester CAS-Nr 124-17-4	Butylidiglykolacetat, 2-(2-Butoxyethoxy)ethylacetat
Essigsäure-3-methoxybutylester ⁴⁾ CAS-Nr 4435-53-4	3-Methoxybutylacetat

Das festgelegte Verfahren ist in erster Linie zur Bestimmung des Estergehaltes vorgesehen, um den Reinheitsgrad zu ermitteln. Es gestattet darüber hinaus, den Anteil des jeweils korrespondierenden Alkohols in den verschiedenen Estern zu bestimmen.

Das Verfahren eignet sich nicht für die Bestimmung von Wasser und nichtflüchtigen Bestandteilen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokumentes erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokumentes (einschließlich aller Änderungen).

DIN 51405:2004-01, *Prüfung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen, verwandten Flüssigkeiten und Lösemitteln für Lacke und Anstrichstoffe — Gaschromatographische Analyse — Allgemeine Arbeitsgrundlagen*

DIN 53246, *Lösemittel für Lacke und ähnliche Beschichtungsstoffe — Ester der Essigsäure — Lieferungsspezifikation, weitere Eigenschaften und Prüfung*

4) Das bisher vielfach benutzte „n“ (= normal) wurde in Übereinstimmung mit den IUPAC-Regeln [1] weggelassen.

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

DIN EN ISO 4618, *Beschichtungsstoffe — Begriffe*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gilt der folgende Begriff.

3.1

Reinheitsgrad von Estern der Essigsäure

Massenanteil in Prozent des zu prüfenden Produktes an Essigsäureester (nach Abschnitt 1)

ANMERKUNG Der Reinheitsgrad ergibt sich durch Subtraktion der Summe der Massenanteile aller Verunreinigungen von 100.

4 Kurzbeschreibung

Eine Probe des zu prüfenden Produktes wird gaschromatographisch in Essigsäureester und Verunreinigungen getrennt. Der Massenanteil der Verunreinigungen wird über die Peakflächen gegen einen internen Standard bestimmt.

5 Geräte und Chemikalien

5.1 Gaschromatograph nach DIN 51405

5.1.1 Allgemeines

Der Gaschromatograph muss für die Kapillar-Gaschromatographie geeignet sein und ein Temperaturprogramm für die Ofenheizung besitzen. Er muss den in 5.1.2 bis 5.1.5 festgelegten Bedingungen genügen.

Alle mit der zu untersuchenden Probe in Berührung kommenden Teile des Gerätes müssen gegenüber Estern der Essigsäure indifferent, z. B. aus Glas, sein.

5.1.2 Probeneinlassteil mit Eingangsprobenteiler

Das Probenaufgabesystem muss ein inertes Verdampfungsgefäß, z. B. aus Glas, haben, um eine Veränderung der Probe zu vermeiden. Es muss auf eine Temperatur von mindestens 250 °C zu heizen sein.

Das Splitverhältnis muss zwischen 1 : 40 und 1 : 150 einstellbar und gut überprüfbar sein. Hinweise auf Veränderungen erhält man, indem man auf Fremdpeaks bei verschiedenen Probenteilertemperaturen und auf ungewöhnliche Peakformen achtet.

5.1.3 Ofen

Der Ofen muss zwischen 50 °C und 250 °C sowohl isotherm als auch programmiert zu heizen sein. Die Temperaturen müssen bei jedem neuen Lauf auf 1 °C eingestellt werden können.

5.1.4 Kapillartrennsäule

Die Kapillartrennsäule muss aus Glas oder Quarzglas („fused silica“) bestehen. Die geforderte Trennung wird bereits von einer Kapillartrennsäule von 30 m Länge, belegt mit einer polaren Phase, erreicht. Bei geringerer Polarität ist eine größere Länge, z. B. 50 m, erforderlich. Die Auflösung R der Kapillartrennsäule für jeden benachbarten Peak der Ester der Essigsäure und des internen Standards muss mindestens 1,5 betragen. Sie wird, wie in DIN 51405 angegeben, bestimmt und muss vor Beginn der Analyse mit einer Mischung im Verhältnis der zu erwartenden Konzentrationen der zu bestimmenden Substanzen in einem geeigneten Lösemittel geprüft werden.

ANMERKUNG Kapillartrennsäulen von 50 m Länge und 0,22 mm innerem Durchmesser, belegt mit Methylsilicon (0,2 μm), haben sich z. B. in einem Ringversuch als geeignet erwiesen, zumal eine solche Säule auch für die gaschromatographische Bestimmung des Reinheitsgrades von Alkoholen (nach DIN 55685), Ketonen (nach DIN 55687), Ethylenglykolethern (nach DIN 55688) und Propylenglykolethern (nach DIN 55689) geeignet ist.

5.1.5 Detektor

Flammenionisationsdetektor (FID), der bei einer Temperatur von 280 °C betrieben werden kann. Detektorgasversorgung, Einspritzvolumen und Verstärkereinstellung sind so zu optimieren, dass die zur Berechnung verwendeten Signale (Peakflächen) unter Berücksichtigung der stoffspezifischen Korrekturfaktoren proportional zur Substanzmenge sind.

5.2 Schreiber zur Aufzeichnung des Gaschromatogramms.

5.3 Elektronisches Auswertesystem zur Auswertung der Peakflächen. Die Integrationsparameter müssen bei Kalibrierung und Analyse gleich sein.

5.4 Injektionsspritze, Volumen vorzugsweise 5 μl bis 10 μl , Skalenteilungswert 0,1 μl .

5.5 Gase

Siehe auch DIN 51405

Trärgas: Helium, Stickstoff oder Wasserstoff, trocken, sauerstofffrei, Reinheit (Volumenanteil) mindestens 99,999 %

Detektorgas: Wasserstoff, Reinheit (Volumenanteil) mindestens 99,999 % und (synthetische) Luft, frei von organischen Verbindungen

Hilfsgas: Stickstoff oder Helium, Qualität wie Trärgas

5.6 Probengefäß, dicht verschließbar, z. B. mit einer mit Polytetrafluorethen (PTFE) beschichteten Gummimembrane. Das Probengefäß sollte zu etwa 90 % gefüllt sein.

5.7 Interner Standard

Toluen (Toluol) oder andere Substanzen, Reinheitsgrad mindestens 99 % (Massenanteil).

5.8 Kalibriersubstanzen

Reinheitsgrad mindestens 99 % (Massenanteil)

Aus den nachfolgend aufgeführten Substanzen können Standardmischungen zur genauen Einstellung aller Geräteparameter hergestellt werden:

Methylacetat
Ethylacetat
Propylacetat
Isopropylacetat
Butylacetat
Isobutylacetat
2-Ethylhexylacetat
1-Methoxy-2-propylacetat
1-Ethoxy-2-propylacetat
Methylglykolacetat
Ethylglykolacetat
Butylglykolacetat
Ethyldiglykolacetat
Butyldiglykolacetat
3-Methoxybutylacetat

Toluen (Toluol)

Bild 1 zeigt ein Gaschromatogramm, in dem alle Ester der Essigsäure nach DIN 53246 vorhanden sind.

6 Probenahme

Die Probenahme wird nach DIN EN ISO 15528 durchgeführt.

7 Durchführung

7.1 Herstellen der Analysenprobe

Etwa 20 g der Probe und die notwendige Menge interner Standard werden auf 0,001 g in das Probengefäß nach 5.6 eingewogen, das sofort anschließend verschlossen wird.

Die Menge des internen Standards muss der Größenordnung der zu bestimmenden Verunreinigungen entsprechen.

7.2 Vorbereitung des Prüfgerätes und Prüfbedingungen

Druck und Geschwindigkeit des Trägergases sind so einzustellen, dass bei gegebener Säulentemperatur eine Trennung nach 5.1.3 erreicht wird. Die Temperatur des Probeneinlassteiles wird auf mindestens 250 °C eingestellt. Siehe auch DIN 51405.

7.3 Probenmenge und Aufgabe der Probe

Die Probenmenge muss so bemessen sein, dass bei dem gewählten Splitverhältnis des Probenteilers die Kapazität der Säule nicht überschritten wird und die Linearität des Detektors sichergestellt ist. Siehe auch DIN 51405.

7.4 Gaschromatographische Bedingungen

Durch Einspritzen einer bekannten Probe sind die Trennbedingungen für die Geräte (siehe Abschnitt 5) zu optimieren. Es kann zum Beispiel von folgenden Bedingungen ausgegangen werden:

Kapillartrennsäule:	nach 5.1.4
Temperaturen:	Bei Verwendung einer mit Methylsilicon (0,2 µm) belegten Kapillartrennsäule von 50 m Länge und 0,22 mm innerem Durchmesser hat sich eine Anfangstemperatur von 90 °C und eine Temperatursteigerung von 5 °C/min bis zum Erreichen von 220 °C bewährt. Probeneinlassteil: 250 °C Detektor: 280 °C
Trärgas:	75 ml/min bei Helium Eingangsdruck: 200 kPa (2 bar) Durchfluss: 1,0 ml/min über die Säule
Splitverhältnis:	1 : 75
Nachbeschleunigung:	22 ml/min für Helium als Hilfsgas oder entsprechend den Angaben des Geräteherstellers
Brenngas (FID):	Wasserstoff und (synthetische) Luft Mischverhältnis entsprechend den Angaben des Geräteherstellers

7.5 Aufnahme des Gaschromatogramms

Die Proben werden unter den bei der Optimierung des Trennvorganges ermittelten Bedingungen analysiert und die Ergebnisse aufgezeichnet.