

DIN 55687**DIN**

ICS 87.060.30

Ersatz für
DIN 55687:1992-02

**Lösemittel für Beschichtungsstoffe –
Ketone –
Gaschromatographische Bestimmung des Reinheitsgrades**

Solvents for paints and varnishes –

Ketones –

Gas chromatographic determination of the degree of purity

Solvants pour peintures et vernis –

Cétones –

Détermination du degré de pureté par chromatographie en phase gazeuse

Gesamtumfang 14 Seiten

Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Geräte und Chemikalien.....	5
6 Probenahme	7
7 Durchführung	7
8 Auswertung	8
9 Präzision	9
10 Prüfbericht.....	9
Anhang A (informativ) Gaschromatogramme von Ketonen nach DIN 53247	10
Literaturhinweise	14

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitsausschuss NA 002-00-05 AA „Lösemittel“ des Normenausschusses Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN ausgearbeitet.

Änderungen

Gegenüber DIN 55687:1992-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) 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;
- b) die normativen Verweisungen wurden aktualisiert;
- c) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 55687: 1992-02

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur gaschromatographischen Bestimmung des Reinheitsgrades von folgenden Ketonen nach DIN 53247 fest, die als Löse- und Verdünnungsmittel in Beschichtungsstoffen verwendet werden¹⁾, ²⁾:

Aceton CAS-Nr 67-64-1	Propanon , Dimethylketon
Methylethylketon CAS-Nr 78-93-3	Butanon , Ethylmethylketon
Methylisobutylketon CAS-Nr 108-10-1	4-Methyl-pentan-2-on
Cyclohexanon CAS-Nr 108-94-1	
Diacetonalkohol CAS-Nr 123-42-2	4-Methyl-4-hydroxy-pentan-2-on
Diisobutylketon CAS-Nr 108-83-8	Isomerengemisch von 2,6-Dimethyl-heptan-4-on und 4,6-Dimethyl-heptan-2-on
Isophoron CAS-Nr 78-59-1	3,5,5-Trimethyl-2-cyclohexen-1-on

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 Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

DIN 53247, *Lösemittel für Beschichtungsstoffe — Ketone — Lieferspezifikation, weitere Eigenschaften und Prüfung*

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

DIN EN ISO 4618, *Beschichtungsstoffe — Begriffe; Dreisprachige Fassung*

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

1) CAS-Nr: Chemical Abstracts Service Registry Number

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN EN ISO 4618 und der folgende Begriff.

3.1

Reinheitsgrad von Keton

Massenanteil in Prozent des zu prüfenden Produktes an Keton

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 das jeweilige Keton und Verunreinigungen getrennt. Der Massenanteil der Verunreinigungen wird über die Peakflächen gegen einen internen Standard bestimmt.

5 Geräte und Chemikalien

5.1 Gaschromatograph

5.1.1 Allgemeines

Der Gaschromatograph ist für die Kapillar-Gaschromatographie geeignet und besitzt ein Temperaturprogramm für die Ofenheizung. 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 Ketonen indifferent, z. B. aus Glas, sein.

5.1.2 Probeneinlassteil mit Eingangs-Probenhalter

Das Probenaufgabesystem muss ein inertes Verdampfungsrohr, 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 einstellbar und gut überprüfbar sein. Hinweise auf Veränderung werden erhalten, indem auf Fremdpeaks bei verschiedenen Probenteilertemperaturen und auf ungewöhnliche Peakformen geachtet wird.

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 Kapillarsäule 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 Ketone und des internen Standards sollte 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 Konzentration 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 Ringversuchen als geeignet erwiesen, zumal eine solche Säule auch für die gaschromatographische Bestimmung des Reinheitsgrades von Alkoholen (nach DIN 55685), Estern der Essigsäure (nach DIN 55686), Ethylenglykolethern (nach DIN 55688) und Propylenglykolethern (nach DIN 55689) geeignet ist.