

Kunststoffe
**Bestimmung der Neigung von Formmassen und Erzeugnissen auf der Basis
von Vinylchlorid-Homopolymeren und -Copolymeren, bei erhöhten
Temperaturen Chlorwasserstoff und andere saure Produkte abzugeben**
Teil 4: Potentiometrisches Verfahren
(ISO 182-4:1993) Deutsche Fassung EN ISO 182-4:2000

DIN
EN ISO 182-4

ICS 83.080.20

Plastics — Determination of the tendency of compounds and products based on vinyl chloride homopolymers and copolymers to evolve hydrogen chloride and any other acidic products at elevated temperatures —
Part 4: Potentiometric method (ISO 182-4:1993);
German version EN ISO 182-4:2000

Plastiques — Détermination de la tendance des compositions à base d'homopolymères et copolymères du chlorure de vinyle à dégager du chlorure d'hydrogène et éventuellement d'autres produits acides à températures élevées —
Partie 4: Méthode potentiométrique (ISO 182-4:1993);
Version allemande EN ISO 182-4:2000

Nationales Vorwort

Die Mitarbeit des DIN im CEN/TC 249 „Kunststoffe“ wird über den Normenausschuss Kunststoffe (FNK) wahrgenommen. Nachdem in ISO/TC 61 „Plastics“ in 1999 die Zuständigkeit für die Internationale Norm ISO 182-4 vom SC 6 „Ageing, chemical and environmental resistance“ auf den material-spezifischen Ausschuss SC 9/WG 20 „Polyvinylchloride“ übergeben wurde, ist seit diesem Zeitpunkt der FNK-AA 303.2 „PVC-Formmassen“ als nationaler Spiegelausschuss für die Umsetzung der Internationalen in eine Europäische Norm zuständig.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 182-2	siehe DIN EN ISO 182-2
ISO 182-3	siehe E DIN EN ISO 182-3
ISO 565	siehe DIN ISO 565
ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-1/COR. 1	siehe DIN ISO 5725-1 Berichtigung 1
ISO 5725-5	siehe E DIN ISO 5725-5

Fortsetzung Seite 2
und 17 Seiten EN

Normenausschuss Kunststoffe (FNK) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Nationaler Anhang NA
(informativ)
Literaturhinweise

DIN EN ISO 182-2, *Kunststoffe — Bestimmung der Neigung von Formmassen und Erzeugnissen auf der Basis von Vinylchlorid-Homopolymeren und -Copolymeren, bei erhöhten Temperaturen Chlorwasserstoff und andere saure Produkte abzugeben — Teil 2: pH-Messgerät-Verfahren (ISO 182-2:1990); Deutsche Fassung EN ISO 182-2:1999.*

E DIN EN ISO 182-3, *Kunststoffe — Bestimmung der Neigung von Formmassen und Erzeugnissen auf der Basis von Vinylchlorid-Homopolymeren und -Copolymeren, bei erhöhten Temperaturen Chlorwasserstoff und andere saure Produkte abzugeben — Teil 3: Leitfähigkeitsverfahren (ISO 182-3:1993); Deutsche Fassung prEN ISO 182-3:2000.*

DIN ISO 565, *Analysensiebe — Metalldrahtgewebe, Lochplatten und elektroformte Siebfolien — Nennöffnungsweiten (ISO 565:1990).*

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

DIN ISO 5725-1 Berichtigung 1, *Berichtigungen zu DIN ISO 5725-1:1997-11 (ISO 5725-1:1994/Cor. 1:1998).*

E DIN ISO 5725-5, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Richtigkeit eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO/DIS 5725-5:1996).*

Deutsche Fassung

Kunststoffe

**Bestimmung der Neigung von Formmassen und Erzeugnissen auf
der Basis von Vinylchlorid-Homopolymeren und -Copolymeren, bei erhöhten
Temperaturen Chlorwasserstoff und andere saure Produkte abzugeben**

Teil 4: Potentiometrisches Verfahren

(ISO 182-4:1993)

Plastics — Determination of the tendency of
compounds and products based on vinyl chloride
homopolymers and copolymers to evolve hydrogen
chloride and any other acidic products at elevated
temperatures — Part 4: Potentiometric method
(ISO 182-4:1993)

Plastiques — Détermination de la tendance des
compositions à base d'homopolymères et copoly-
mères du chlorure de vinyle à dégager du chlorure
d'hydrogène et éventuellement d'autres produits
acides à températures élevées — Partie 4: Méthode
potentiométrique (ISO 182-4:1993)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 2000-09-08 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Zentralsekretariat: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Vorwort

Der Text der Internationalen Norm vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ der International Organization for Standardization (ISO) wurde als Europäische Norm durch das Technische Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ übernommen, dessen Sekretariat vom IBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis 2001-03, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis 2001-03 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 182-4:1993 wurde vom CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG Die normativen Verweisungen auf internationale Publikationen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

WARNHINWEIS Bei Anwendung dieser Internationalen Norm ist es möglich, dass gefährliche Substanzen, Arbeitsgänge und Geräte angewendet werden. Diese Norm erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und vor der Anwendung festzulegen, welche einschränkenden Vorschriften gelten.

1 Anwendungsbereich

1.1 Dieser Teil von ISO 182 legt ein Verfahren zur Bestimmung der thermischen Stabilität bei erhöhter Temperatur von Formmassen und Erzeugnissen fest, die auf der Grundlage von Vinylchlorid-Homopolymeren und -Copolymeren (im folgenden Text abgekürzt als PVC) hergestellt sind und die zum Chlorwasserstoffverlust neigen (Entwicklung von Chlorwasserstoff).

1.2 Das Verfahren kann zur Qualitätskontrolle während der Herstellung und Umwandlung von PVC-Formmassen angewendet werden. Es kann auch zur Charakterisierung von Formmassen und Erzeugnissen aus PVC herangezogen werden, besonders hinsichtlich der Wirksamkeit ihrer Wärmestabilisierungssysteme.

Es ist anwendbar auf gefärbte Formmassen und Produkte aus PVC, bei denen eine Verfärbungsprüfung unter Wärmeeinwirkung unbefriedigend sein kann.

1.3 Das Verfahren wird nur für endgefertigte Werkstoffe und Erzeugnisse aus PVC empfohlen, es kann aber auch nach Vereinbarung zwischen den beteiligten Partnern unter geeigneten Bedingungen auf Polymere in Pulverform angewendet werden. Das Verfahren wird nicht für trockene Mischungen von PVC-Formmassen empfohlen, weil sie möglicherweise nicht ausreichend homogen sind.

1.4 Formmassen und Produkte aus PVC können bei erhöhten Temperaturen außer Chlorwasserstoff auch andere Zersetzungsprodukte abgeben. Eine begrenzte Zahl dieser Produkte, die aus der Zersetzung bestimmter Comonomere (wie Vinylester organischer Säuren) oder von Weichmachern, Stabilisatoren und sonstigen Zusatzstoffen stammen, kann nach der Absorption in einer wässrigen Lösung deren pH-Wert oder deren Leitfähigkeit beeinflussen. Folglich brauchen die Untersuchungsergebnisse bei bestimmten Produkten nach den in ISO 182-2 und ISO 182-3 beschriebenen Verfahren nicht vergleichbar zu sein mit den Ergebnissen, die nach dem im vorliegenden Teil von ISO 182 beschriebenen Verfahren ermittelt werden.

1.5 Dieser Teil von ISO 182 legt ein potentiometrisches Verfahren zur Bestimmung der Chloridionenkonzentration (Cl^-) (ausgedrückt als pCl-Wert) in einer absorbierenden Lösung fest, unabhängig von der Gegenwart anderer Ionen. Der pCl-Wert ist definiert als $-\lg c_{\text{Cl}}$, wobei c_{Cl} die molare Konzentration der Chloridionen ist. Das Verfahren wird deshalb besonders für weichmacherhaltige PVC-Formmassen und für Copolymere empfohlen.

1.6 Dieses Verfahren kann auch auf andere Kunststoffe angewandt werden, die beim Erhitzen unter den in den entsprechenden Festlegungen vorgeschriebenen oder zwischen den beteiligten Partnern vereinbarten Bedingungen Chlorwasserstoff abgeben können.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Bei datierten Verweisungen gelten spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikation nicht. Anwender dieser Internationalen Norm werden jedoch gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, die jeweils neuesten Ausgaben der nachfolgend angegebenen normativen Dokumente anzuwenden. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen normativen Dokuments. Mitglieder von ISO und IEC führen Verzeichnisse der gültigen Internationalen Normen.

ISO 182-2:1990, *Plastics — Determination of the tendency of compounds and products based on vinyl chloride homopolymers and copolymers to evolve hydrogen chloride and any other acidic products at elevated temperatures — Part 2: pH method.*

ISO 182-3:1993, *Plastics — Determination of the tendency of compounds and products based on vinyl chloride homopolymers and copolymers to evolve hydrogen chloride and any other acidic products at elevated temperatures — Part 2: Conductometric method.*

ISO 565:1990, *Test sieves — Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings.*

ISO 4793:1980, *Laboratory sintered (fritted) filters — Porosity grading, classification and designation.*

ISO 5725:1986^{N1)}, *Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.*

ISO 6353-2:1983, *Reagents for chemical analysis — Part 2: Specifications — First series.*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gilt der folgende Begriff:

3.1

Stabilitätszeit

t_s

die als Referenzwert zu einer vorgegebenen Änderung des pCl einer absorbierenden Lösung gemessene Zeit, die für die Freisetzung einer bestimmten Menge Chlorwasserstoff erforderlich ist, wenn eine vorgeschriebene Masse einer Formmasse oder eines Erzeugnisses aus PVC unter den in diesem Teil von ISO 182 festgelegten Prüfbedingungen auf einer erhöhten Temperatur gehalten wird

4 Prinzip

Eine Prüfmenge der Formmasse oder des Erzeugnisses aus PVC wird in einem Stickstoffstrom auf einer vereinbarten Temperatur gehalten, und der freigesetzte Chlorwasserstoff wird in einer gegebenen Menge einer geeigneten Lösung absorbiert. Die Menge des freigesetzten Chlorwasserstoffs wird potentiometrisch als Beziehung zur aufgezeichneten Veränderung des pCl der absorbierenden Lösung bestimmt.

5 Reagenzien

Bei der Untersuchung dürfen nur Chemikalien von anerkannter Analysenreinheit nach ISO 6353-2 verwendet werden.

5.1 Reiner Stickstoff mit einem Volumenanteil an Sauerstoff unter 6 ppm und an Kohlendioxid unter 0,1 ppm. Die Reinheit muss so hoch sein, dass die Leitfähigkeit von entmineralisiertem Wasser unverändert bleibt, wenn das Gas 1 h mit einer Durchflussmenge von $(7,2 \pm 0,1)$ l/h durchgeleitet wird.

^{N1)}Nationale Fußnote: ISO 5725:1986 wurde ersetzt durch ISO 5725-1:1994 (siehe auch ISO 5725-1:1994/COR. 1:1998 hierzu), ISO 5725-2:1994, ISO 5725-3:1994, ISO 5725-4:1994, ISO 5725-5:1998 und ISO 5725-6:1994

Das Gas muss zur Trocknung durch ein geeignetes Trockenmittel geleitet, die Durchflussmenge durch die Chlorwasserstoffentwicklungszelle mit einem Nadelventil eingestellt und mit einem geeigneten Durchflussmessgerät gemessen werden.

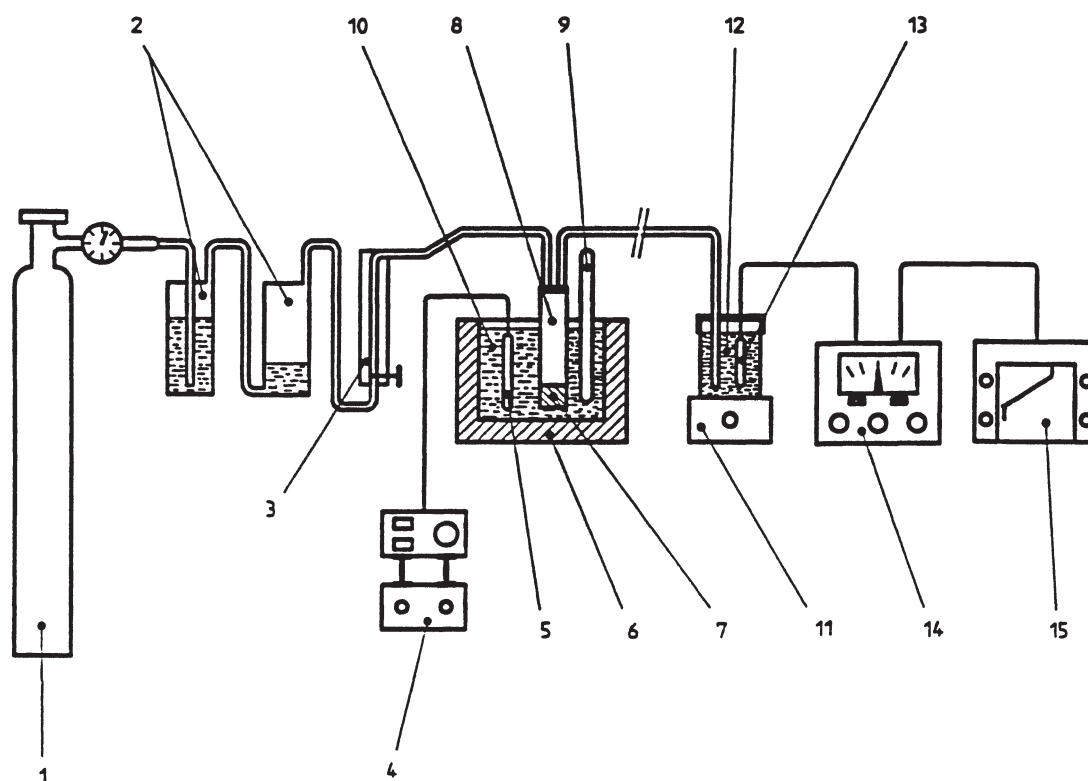
5.2 Salzsäure, wässrige Lösung, $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$.

5.3 Destilliertes oder entmineralisiertes Wasser

5.4 Kaliumnitrat (KNO_3), Kaliumsulfat (K_2SO_4) oder andere Salze zur Herstellung der absorbierenden Lösung (siehe 10.4).

6 Geräte

Die allgemeine Anordnung der Apparatur wird in Bild 1 gezeigt. Das Bild zeigt eine wiederverwendbare Zelle A für die Chlorwasserstoffentwicklung. Sie kann durch eine Einmalgebrauchszelle B ersetzt werden.



Legende

- | | |
|---|---|
| 1 N_2 -Gasflasche | 8 Zelle für die Chlorwasserstoffentwicklung |
| 2 Reinigungsstrecke | 9 Thermometer (Skalenteilungswert $0,1^\circ\text{C}$) |
| 3 Kugel-Durchflussmessgerät | 10 Silikonöl |
| 4 Elektronischer Temperaturregler (Skalenteilungswert $0,1^\circ\text{C}$) | 11 Magnetrührer |
| 5 Temperaturfühler | 12 Absorptionslösung |
| 6 Wärmebad | 13 Messelektrode(n) |
| 7 PVC-Probe | 14 Leitfähigkeitsmessgerät |
| | 15 Schreiber |

Bild 1 — Allgemeine Anordnung der Apparatur