

DIN EN ISO 8985



ICS 83.080.20

Ersatz für
DIN EN ISO 8985:1998-08

**Kunststoffe –
Ethylen-Vinylacetat-Copolymer (EVAC)-Thermoplasten –
Bestimmung des Vinylacetatgehalts
(ISO 8985:2022, korrigierte Fassung 2022-08);
Deutsche Fassung EN ISO 8985:2022**

Plastics –
Ethylene/vinyl acetate copolymer (EVAC) thermoplastics –
Determination of vinyl acetate content
(ISO 8985:2022, Corrected version 2022-08);
German version EN ISO 8985:2022

Plastiques –
Copolymères éthylène/acétate de vinyle (EVAC) thermoplastiques –
Dosage de l'acétate de vinyle
(ISO 8985:2022, Version corrigée 2022-08);
Version allemande EN ISO 8985:2022

Gesamtumfang 32 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 8985:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN (Belgien) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 054-02-10 AA „Thermoplast-Werkstoffe“ im DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 472	siehe	DIN EN ISO 472
ISO 11358-1:2014	siehe	DIN EN ISO 11358-1:2014-10
ISO 21301-1	siehe	DIN EN ISO 21301-1

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 8985:1998-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) eine „Thermogravimetrie-Prüfmethode“ wurde hinzugefügt;
- b) die Prüfmethode „Infrarotspektrometrie“ wurde modifiziert.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 8985: 1998-08

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 472, *Kunststoffe — Fachwörterverzeichnis*

DIN EN ISO 11358-1:2014-10, *Kunststoffe — Thermogravimetrie (TG) von Polymeren — Teil 1: Allgemeine Grundsätze (ISO 11358-1:2014); Deutsche Fassung EN ISO 11358-1:2014*

DIN EN ISO 21301-1, *Kunststoffe — Ethylen-Vinylacetat (E/VAC)-Werkstoffe — Teil 1: Bezeichnungssystem und Basis für Spezifikationen*

Deutsche Fassung
Kunststoffe —
Ethylen-Vinylacetat-Copolymer (EVAC)-Thermoplasten —
Bestimmung des Vinylacetatgehalts
(ISO 8985:2022, korrigierte Fassung 2022-08)

Plastics —
Ethylene/vinyl acetate copolymer (EVAC)
thermoplastics —
Determination of vinyl acetate content
(ISO 8985:2022, Corrected version 2022-08)

Plastiques —
Copolymères éthylène/acétate de vinyle (EVAC)
thermoplastiques —
Dosage de l'acétate de vinyle
(ISO 8985:2022, Version corrigée 2022-08)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 25. Dezember 2021 angenommen.

Diese Europäische Norm wurde korrigiert und vom CEN-CENELEC-Management-Zentrum am 14. September 2022 neu herausgegeben.

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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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 Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Referenzverfahren	7
4.1 Referenzverfahren 1: Hydrolyse und Rücktitration	7
4.1.1 Kurzbeschreibung	7
4.1.2 Reagenzien	7
4.1.3 Prüfeinrichtung	7
4.1.4 Durchführung	8
4.1.5 Angabe der Ergebnisse	8
4.1.6 Prüfbericht	9
4.2 Referenzverfahren 2: Verseifung und potentiometrische Titration	9
4.2.1 Kurzbeschreibung	9
4.2.2 Reagenzien	9
4.2.3 Prüfeinrichtung	10
4.2.4 Durchführung	10
4.2.5 Angabe der Ergebnisse	11
4.2.6 Prüfbericht	11
4.3 Referenzverfahren 3: Sauerstoffmessung	12
4.3.1 Kurzbeschreibung	12
4.3.2 Prüfeinrichtung	12
4.3.3 Verfahren	12
4.3.4 Probenahme	16
4.3.5 Kalibrierung	16
4.3.6 Berechnung des Vinylacetatgehalts	17
4.3.7 Prüfbericht	17
5 Beispiele für Prüfverfahren	18
5.1 Verfahren mit Infrarotspektroskopie	18
5.1.1 Kurzbeschreibung	18
5.1.2 Prüfgeräte und Materialien	18
5.1.3 Durchführung	18
5.1.4 Angabe der Ergebnisse	21
5.1.5 Prüfbericht	22
5.2 Acidimetrisches Verfahren	22
5.2.1 Kurzbeschreibung	22
5.2.2 Reagenzien und Hilfsmittel	22
5.2.3 Prüfeinrichtung	22
5.2.4 Durchführung	23
5.2.5 Angabe der Ergebnisse	24
5.2.6 Prüfbericht	25
5.3 Iodometrisches Verfahren	25
5.3.1 Kurzbeschreibung	25
5.3.2 Reagenzien	25

5.3.3	Prüfeinrichtung.....	25
5.3.4	Durchführung	25
5.3.5	Angabe der Ergebnisse.....	26
5.3.6	Prüfbericht.....	26
5.4	Thermogravimetrisches Verfahren.....	27
5.4.1	Kurzbeschreibung.....	27
5.4.2	Prüfeinrichtung.....	27
5.4.3	Messproben	27
5.4.4	Kalibrierung.....	27
5.4.5	Durchführung	27
5.4.6	Prüfbericht.....	29
	Literaturhinweise.....	30

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 8985:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 2022, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2022 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 8985:1998.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN CENELEC Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 8985:2022, korrigierte Fassung 2022-08 wurde von CEN als EN ISO 8985:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 9, *Thermoplastic materials*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 249, *Kunststoffe*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 8985:1998), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- die normativen Verweisungen wurden auf die neuesten Fassungen aktualisiert;
- der unbedingt erforderliche Abschnitt „Begriffe“ wurde hinzugefügt (siehe Abschnitt 3);
- ein „thermogravimetrisches Prüfverfahren“ wurde hinzugefügt;
- das Infrarotspektrometer wurde in ein Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer geändert;
- das Beispiel für ein Infrarotspektrum wurde von Transmission zu Extinktion geändert;
- das Beispiel für die Kalibrierkurve wurde modifiziert.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Diese korrigierte Fassung der ISO 8985:2022 enthält die folgenden Korrekturen:

- der fehlende Inhalt wurde in den Unterabschnitten 4.3.3.2.5, 4.3.5, 5.2.5.2 und 5.4.5.3 wieder eingefügt;
- die Werte der Gleichung (6) wurden korrigiert;
- die Untertitel von Bild 2 wurden korrigiert;
- die Einheit in Bild 5 wurde korrigiert;
- die Legende für Gleichung (11) wurde korrigiert.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt zwei Kategorien von Verfahren zur Bestimmung des Vinylacetat(VAC, en: vinyl acetate)-Gehalts von Ethylen-Vinylacetat-Copolymeren (EVAC) zur Verwendung in der Bezeichnung derartiger Copolymere nach ISO 21301-1 fest. Dabei bezeichnet eine Kategorie die „Referenzverfahren“ und die andere die „Prüfverfahren“.

Die „Referenzverfahren“ werden angewendet, um das zur Bestimmung des Vinylacetatgehalts von Ethylen-Vinylacetat-Copolymeren angewendete Verfahren zu kalibrieren.

Die „Prüfverfahren“ stellen weitere Verfahren dar, die für die Bestimmung angewendet werden können, wenn sie unter Anwendung eines der in Abschnitt 4 beschriebenen Referenzverfahren kalibriert wurden und wenn sie eine bestimmte zulässige Wiederholpräzision aufweisen.

SICHERHEITSVORKEHRUNGEN — Anwender dieses Dokuments sollten, falls zutreffend, mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle im Zusammenhang mit seiner Anwendung gegebenenfalls vorhandenen Sicherheitsrisiken zu berücksichtigen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, angemessene Maßnahmen in Bezug auf den Gesundheits- und Arbeitsschutz einzuleiten.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

ISO 472, *Plastics — Vocabulary*

ISO 4799, *Laboratory glassware — Condensers*

ISO 11358-1:2014, *Plastics — Thermogravimetry (TG) of polymers — Part 1: General principles*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 472.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

4 Referenzverfahren

4.1 Referenzverfahren 1: Hydrolyse und Rücktitration

4.1.1 Kurzbeschreibung

Eine Prüfmenge wird in Xylol gelöst und die Acetatgruppen werden mit einer alkoholischen Kaliumhydroxid-Lösung hydrolysiert. Es wird ein Überschuss an Schwefelsäure oder Salzsäure hinzugegeben. Die Säure wird bei Anwesenheit von Phenolphthalein als Indikator mit einer Natriumhydroxid-Standardlösung zurücktitriert.

4.1.2 Reagenzien

Während der Analyse dürfen ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysequalität und destilliertes Wasser oder Wasser des gleichen Reinheitsgrades verwendet werden.

4.1.2.1 Xylol

4.1.2.2 Schwefelsäure, Lösung, etwa 5 g/l, oder Salzsäure, Lösung, etwa 3,7 g/l.

4.1.2.3 Kaliumhydroxid, ethanolische Lösung, etwa 5,6 g/l.

Nachdem 5,6 g festes Kaliumhydroxid (KOH) in 500 ml Ethanol gelöst wurden, wird auf 1 000 ml aufgefüllt, zum Absetzen bis zum folgenden Tag stehen gelassen und der klare Teil der Lösung abgegossen.

4.1.2.4 Natronlauge, Standardlösung, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.1.2.5 Phenolphthalein, Indikatorlösung.

In 100 ml Ethanol werden 0,7 g Phenolphthalein gelöst.

4.1.3 Prüfeinrichtung

Übliche Laborgeräte sowie zusätzlich:

4.1.3.1 Bürette, 50 ml, für die Natriumhydroxid-Lösung (4.1.2.4).

4.1.3.2 Pipette, 30 ml, für die Säure-Lösung (4.1.2.2).

4.1.3.3 Pipette, 25 ml, für die Kaliumhydroxid-Lösung (4.1.2.3).

4.1.3.4 Reagenzglas, 50 ml, für das Xylol (4.1.2.1).

4.1.3.5 Kolben, bis 300 ml, mit Stopfen.

4.1.3.6 Tropfflasche, für die Phenolphthalein-Indikatorlösung (4.1.2.5).

4.1.3.7 Rückflusskühler nach ISO 4799, Mindestlänge 500 mm.

4.1.3.8 Heizvorrichtung, Sandbad, Ölbad oder Heizmanschette, einstellbar auf 200 °C.

4.1.3.9 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

4.1.4 Durchführung

4.1.4.1 Bestimmung

4.1.4.1.1 Von dem trockenen Polymer wird eine Menge nach Tabelle 1 auf 0,1 mg in den Kolben (4.1.3.5) eingewogen. Die Masse jedes Probenteilchens muss kleiner als etwa 0,05 g sein.

Tabelle 1 — Richtwerte für die anzuwendende Probenmasse

Geschätzter Vinylacetatgehalt $w(\text{VAC})$ %	Ungefähre Masse der Prüfmenge g
$w(\text{VAC}) \leq 10$	1
$10 < w(\text{VAC}) \leq 20$	0,5
$20 < w(\text{VAC}) \leq 40$	0,3
$40 < w(\text{VAC})$	0,2

Bei der Analyse einer unbekannten Probe wird zunächst eine Vorprüfung unter Bedingungen durchgeführt, die für ein Copolymer mit einem VAC-Gehalt zwischen 20 % und 40 % gelten.

4.1.4.1.2 Mit der Pipette (4.1.3.3) werden 50 ml Xylol (4.1.2.1) und 25 ml Kaliumhydroxid (4.1.2.3) zum Inhalt des Kolbens hinzugefügt. Der Rückflusskühler (4.1.3.7) wird auf den Kolben aufgesetzt, der mit der Heizvorrichtung 2 h erwärmt wird. Nach der Hydrolyse wird der Kolben von der Heizvorrichtung genommen und auf Raumtemperatur abgekühlt. Mit der Pipette (4.1.3.2) werden 30 ml Schwefel- oder Salzsäurelösung (4.1.2.2) hinzugegeben, der Kolben wird mit dem Stopfen verschlossen und kräftig geschüttelt. Es werden einige Tropfen Phenolphthalein-Lösung (4.1.2.5) hinzugegeben und der Säureüberschuss wird unter fortwährendem Schütteln des Kolbens während der Titration mit der Natriumhydroxid-Standardlösung (4.1.2.4) titriert.

4.1.4.2 Blindversuch

Parallel zu der Bestimmung wird nach demselben Verfahren und mit den gleichen Reagenzien ein Blindversuch ohne Prüfmenge durchgeführt.

4.1.5 Angabe der Ergebnisse

4.1.5.1 Der Vinylacetatgehalt $w(\text{VAC})$, angegeben als prozentualer Massenanteil, wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$w(\text{VAC}) = \frac{0,08609 \times (V_1 - V_2) \times c_1}{m} \times 100 \quad (1)$$