

Prüfung von Kunststoffen
Bestimmung von monomerem Styrol in Reaktionsharzformstoffen
auf Basis von ungesättigten Polyesterharzen
Gaschromatographisches Verfahren

DIN
53 394
Teil 2

Testing of plastics; determination of the percentage of styrene in reaction moulding materials based on unsaturated polyester resins; gaschromatography method

1 Anwendungsbereich und Zweck

Die Prüfung nach dieser Norm dient dazu, mit Hilfe der Gaschromatographie den Gehalt an monomerem Styrol in Reaktionsharzformstoffen auf Basis von ungesättigten Polyesterharzen (UP-Harzen) zu bestimmen [1]. Der so ermittelte Gehalt ist ein wichtiges Kriterium zur Beurteilung der Aushärtung von UP-Harzformstoffen.

ANMERKUNG: Das gaschromatographische Verfahren ist sicherer als das Verfahren mit Wijs-Lösung (siehe DIN 53 394), da z. B. UP-Harze mit Tetrahydrophthalsäure oder UP-Harze mit Amin-Beschleunigern bei Verwendung der Wijs-Lösung einen zu hohen Gehalt an Styrol vortäuschen.

2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Das Styrol wird aus dem UP-Harzformstoff mit Dichlormethan¹⁾ extrahiert und der Gehalt gaschromatographisch bestimmt.

ANMERKUNG: Wenn der Styrol-Gehalt eines UP-Harzformstoffes auf dessen UP-Harzanteil bezogen werden soll, wird der Filter-Rückstand verascht und der Glührückstand bestimmt.

3 Prüfmittel

- 3.1** Dichlormethan zur Analyse
- 3.2** Trägergas: Helium (Reinheit mindestens 99,995 %), alternativ Wasserstoff, Stickstoff
- 3.3** Brenngas: Wasserstoff, Preßluft (Reinheitsgrad von synthetischer Luft)
- 3.4** Innerer Standard: n-Decan

4 Geräte

ANMERKUNG: Die folgenden Geräte und Bedingungen werden empfohlen. Es ist jedoch möglich, andere Geräte und Bedingungen (z. B. andere Detektoren und Kapillarsäulen) zu verwenden, vorausgesetzt, es ist sichergestellt, daß sie dieselben Resultate mit derselben Präzision ergeben.

4.1 Schneideinrichtung mit einer diamantbesetzten, wassergekühlten Trennscheibe, die es gestattet, den UP-Harzformstoff in 1 bis 2 mm breite Streifen zu schneiden.

4.2 Analysenwaage mit einem Skalenteilungswert von 0,0001 g.

4.3 Ampulle mit Rollrand (25 ml) mit passender Bördelkappe (mit Polytetrafluorethylen behandeltes Septum).

4.4 Gaschromatograph, der für die Kapillarchromatographie geeignet ist und mit einem Flammenionisationsdetektor (FID) ausgerüstet ist.

4.5 Mikroliterspritze zum Einspritzen von 0,5 bis 1,0 µl der nach Abschnitt 5.3.1 hergestellten Lösung.

4.6 Trennsäule²⁾

4.6.1 Fused-Silica WCOT mit chemisch gebundener stationärer Phase²⁾ (Polyethylenglykol, chemisch gebunden) Länge: 25 m, innerer Durchmesser: 0,32 mm, Filmdicke: 1,28 µm), alternativ: Quarzkapillarsäule²⁾, Länge: 25 m, innerer Durchmesser: 0,25 mm

4.6.2 Konditionierung der Trennsäule: 16 h bei 250 °C

4.7 Auswertungssystem, z. B. Integrator mit Printer- und Plotterfunktion oder Personalcomputer

5 Durchführung

5.1 Versuchsbedingungen

Die in den Abschnitten 5.1.1 und 5.1.2 genannten Analysenbedingungen sind abgestimmt auf die unter Abschnitt 4.6 aufgeführte Kapillartrennsäule; bei Verwendung anderer Säulen sind gegebenenfalls Modifikationen der Analysenbedingungen erforderlich.

5.1.1 Temperatur:

Einspritzblock: 240 °C
Säulenofen: 100 °C isotherm
Detektor (FID): 250 °C

5.1.2 Gasversorgung und -regelung:

Trägergas Helium: Säulenvordruck 130 kPa
Split: 1 ml/min: 100 ml/min
Brenngase FID: Entsprechend den Empfehlungen der GC-Geräte-Hersteller, z. B.:
Wasserstoff: 40 ml/min
Luft: 300 ml/min

¹⁾ Anstelle von Dichlormethan kann auch Aceton verwendet werden. Dabei ist jedoch zu prüfen, ob gleiche Ergebnisse erhalten werden.

²⁾ Über Bezugsquellen gibt Auskunft: DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin; Postanschrift 10772 Berlin.

Fortsetzung Seite 2 und 3

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