

Lösemittel für Lacke und ähnliche Beschichtungsstoffe

Alkohole

Gaschromatographische Bestimmung des Reinheitsgrades

DIN
55 685

Solvents for paints and varnishes; Alcohols; Gas chromatographic determination of the degree of purity
Solvants pour peintures et vernis; Alcools; Détermination du degré de pureté par chromatographie en phase gazeuse

1 Zweck und Anwendungsbereich

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur gaschromatographischen Bestimmung des Reinheitsgrades von folgenden Alkoholen nach DIN 53 245 Teil 1, die als Löse- und Verdünnungsmittel in Lacken¹⁾, Anstrichstoffen¹⁾ und ähnlichen Beschichtungsstoffen¹⁾ verwendet werden²⁾ ³⁾:

Methanol	Methylalkohol
CAS-Nr 67-56-1	
Ethanol	Ethylalkohol
CAS-Nr 64-17-5	
1-Propanol	Propylalkohol, Propanol ⁴⁾
CAS-Nr 71-23-8	
2-Propanol	Isopropylalkohol, Isopropanol
CAS-Nr 67-63-0	
1-Butanol	Butylalkohol, Butanol ⁴⁾
CAS-Nr 71-36-3	
2-Methyl-1-propanol	Isobutylalkohol, Isobutanol
CAS-Nr 78-83-1	
2-Butanol	sec-Butylalkohol; sec-Butanol
CAS-Nr 78-92-2	
Cyclohexanol	
CAS-Nr 108-93-0.	

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

2 Begriff**Reinheitsgrad von Alkohol**

Unter Reinheitsgrad im Sinne dieser Norm versteht man den Massenanteil in % des zu prüfenden Produktes an Alkohol (nach Abschnitt 1). Der Reinheitsgrad ergibt sich durch Subtraktion der Summe der Massenanteile aller Verunreinigungen von 100.

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

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

4 Geräte und Chemikalien

4.1 Gaschromatograph nach DIN 51 405, der für die Kapillar-Gaschromatographie geeignet ist und ein Temperaturprogramm für die Ofenheizung besitzt. Er muß den in den Abschnitten 4.1.1 bis 4.1.4 festgelegten Bedingungen genügen.

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

4.1.1 Probeneinlaßteil mit Eingangs-Probenteiler

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 soll einstellbar und gut überprüfbar sein. Hinweise auf Veränderung erhält man, indem man auf Fremdpeaks bei verschiedenen Probenteilertemperaturen und auf ungewöhnliche Peakformen achtet.

4.1.2 Ofen

Der Ofen soll 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.

4.1.3 Kapillartrennsäule⁵⁾

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 Alkohole und des internen Standards sollte mindestens 1,5 betragen. Sie wird, wie in DIN 51 405 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.

¹⁾ Begriffe siehe DIN 55 945

²⁾ CAS-Nr Chemical Abstracts Service Registry Number

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

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

⁵⁾ Über Bezugsquellen gibt Auskunft:

DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN, Burggrafenstraße 6, 1000 Berlin 30

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe (FA) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN

Anmerkung: Kapillarsäulen 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 Ketonen (nach DIN 55 687), Estern der Essigsäure (nach DIN 55 686), Ethylenglykolethern (nach DIN 55 688*) und Propylenglykolethern (nach DIN 55 689*) geeignet ist.

4.1.4 Detektor

Flammenionisationsdetektor (FID), der bei einer Temperatur von 250 °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.

4.2 Schreiber zur Aufzeichnung des Gaschromatogramms.

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

4.4 Injektionsspritze⁵⁾

Volumen vorzugsweise 5 bis 10 µl, Skalenteilungswert 0,1 µl

4.5 Gase

Siehe auch DIN 51 405

Trägergas: 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 Trägergas.

4.6 Probegefäß, dicht verschließbar, z.B. mit einer mit Polytetrafluorethen (PTFE) beschichteter Gummimembrane. Das Probegefäß sollte zu etwa 90 % gefüllt sein.

4.7 Interner Standard

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

4.8 Kalibriersubstanzen

Reinheitsgrad mindestens 99 % (Massenanteil)

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

Methanol	2-Methyl-1-propanol
Ethanol	2-Butanol
1-Propanol	2-Methyl-2-propanol
2-Propanol	Cyclohexanol
1-Butanol	

Toluol (Toluol)

Bild 1 zeigt ein Gaschromatogramm, in dem alle Alkohole nach DIN 53 245 Teil 1 und Toluol (Toluol) als interner Standard vorhanden sind.

⁵⁾ Siehe Seite 1

^{*}) Z. Z. Entwurf

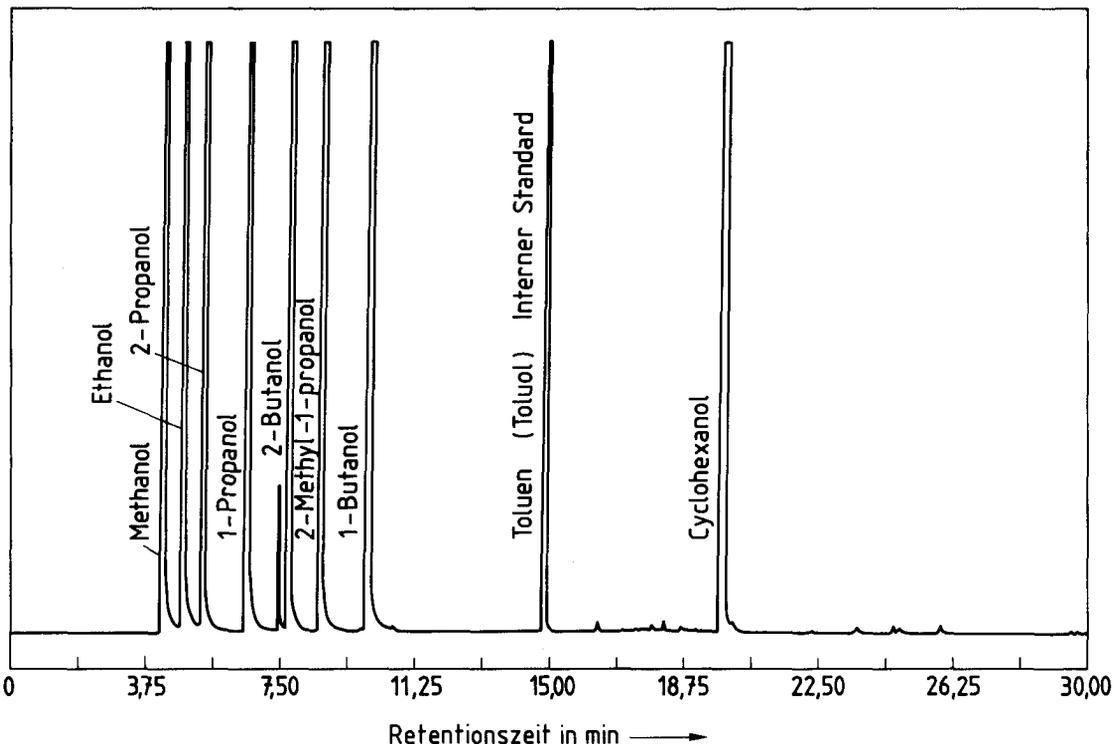


Bild 1. Gaschromatogramm mit Alkoholen nach DIN 53 245 Teil 1 und Toluol (Toluol) als interner Standard (Trennsäule nach Abschnitt 6.4)

5 Probenahme

Die Probenahme wird nach DIN V 53 242 Teil 1 in Verbindung mit DIN 53 242 Teil 2 durchgeführt.

6 Durchführung

6.1 Herstellen der Analysenprobe

Etwa 20 g der Probe und die notwendige Menge interner Standard werden auf 0,001 g in das Probengefäß nach Abschnitt 4.6 eingewogen, das sofort anschließend verschlossen wird.

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

6.2 Vorbereitung des Prüfgerätes und Prüfbedingungen

Druck und Geschwindigkeit des Trägergases sind so einzustellen, daß bei gegebener Säulentemperatur eine Trennung nach Abschnitt 4.1.3 erreicht wird. Die Temperatur des Probeneinlaßteiles wird auf mindestens 250 °C eingestellt. Siehe auch DIN 51 405.

6.3 Probemenge und Aufgabe der Probe

Die Probemenge soll 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 51 405.

6.4 Gaschromatographische Bedingungen

Durch Einspritzen einer bekannten Probe sind die Trennbedingungen für die Geräte (siehe Abschnitt 4) zu optimieren. Es kann zum Beispiel von folgenden Bedingungen ausgegangen werden:

Kapillartrennsäule: nach Abschnitt 4.1.3

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 50 °C und eine Temperatursteigerung von 5 °C/min bis zum Erreichen von 220 °C bewährt.

Probeneinlaßteil: 250 °C

Detektor: 250 °C

Trägergas: 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
Mischungsverhältnis entsprechend den Angaben des Geräteherstellers

6.5 Aufnahme des Gaschromatogramms

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

7 Auswertung

Nach DIN 51 405

Nicht identifizierte Komponenten gehen in die Berechnung mit dem Faktor 1 ein.

8 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- Art und Bezeichnung des geprüften Produktes;
- einen Hinweis auf diese Norm;
- Alkoholgehalt als Massenanteil in % (Einzelwerte, Mittelwert);
- alle vereinbarten Einzelheiten und Abweichungen von dem festgelegten Verfahren;
- Prüfdatum.

9 Präzision des Verfahrens

(nach DIN 51 848 Teil 1)

Die nachstehenden Festlegungen gelten nur für die im Anwendungsbereich dieser Norm aufgeführten Produkte.

Wiederholbarkeit

(ein Beobachter, ein Gerät)

Werden von einem Beobachter zwei Ergebnisse unter Wiederholbedingungen ermittelt, so werden beide Ergebnisse als annehmbar und normgerecht betrachtet, wenn sie sich um nicht mehr als 0,1 % Massenanteile unterscheiden.

Vergleichbarkeit

(verschiedene Beobachter, verschiedene Geräte)

Wird in zwei verschiedenen Untersuchungsstellen je ein Ergebnis unter Vergleichbedingungen ermittelt, so werden beide Ergebnisse als annehmbar und normgerecht betrachtet, wenn sie sich um nicht mehr als 0,3 % Massenanteile unterscheiden.