

	<p style="text-align: center;">Kunststoffe Phenoplast-Formteile Bestimmung der freien Phenole Iodometrisches Verfahren (ISO 119 : 1977) Deutsche Fassung EN ISO 119 : 1998</p>	<p style="text-align: center;">DIN EN ISO 119</p>
--	---	---

ICS 83.140.99

Deskriptoren: Kunststoff, Formteil, Phenoplast, Iodometrie

Plastics – Phenol-formaldehyde mouldings –
Determination of free phenols; Iodometric method (ISO 119 : 1977);
German version EN ISO 119 : 1998

Plastiques – Pièces moulées à base de phénoplastes –
Dosage des phénols libres; Méthode iodométrique (ISO 119 : 1977);
Version allemande EN ISO 119 : 1998

Die Europäische Norm EN ISO 119 : 1998 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Die Mitarbeit des DIN im CEN/TC 249 "Kunststoffe" wird über den Normenausschuß Kunststoffe (FNK) wahrgenommen.

An der Erstellung dieser Europäischen Norm war seitens des DIN der folgende Arbeitsausschuß beteiligt:

FNK-AA 203.1 "Rieselfähige Duroplaste und langfaserverstärkte Kunststoffe".

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

ISO 565 siehe E DIN ISO 565
ISO 648 siehe DIN 12690

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 12690

Laborgeräte aus Glas – Vollpipette mit einer Marke, Klasse A und Klasse B

E DIN ISO 565

Analysensiebe – Metalldrahtgewebe, Lochplatten und elektrogeformte Siebfolien –
Nennöffnungsweiten (ISO 565 : 1990)

Fortsetzung 4 Seiten EN

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

– Leerseite –

ICS 83.140.99

Deskriptoren: Kunststoff, Phenoplast, Formteil, chemische Analyse, Anteil, Bestimmung, Phenol, volumetrische Analyse

Deutsche Fassung

Kunststoffe

Phenoplast-Formteile

Bestimmung der freien Phenole
Iodometrisches Verfahren
(ISO 119 : 1977)

Plastics – Phenol-formaldehyde mouldings – Determination of free phenols – Iodometric method (ISO 119 : 1977)

Plastiques – Pièces moulées à base de phénoplastes – Dosage des phénols libres – Méthode iodométrique (ISO 119 : 1977)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 12. Juni 1998 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.

CEN

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 Januar 1999, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 1999 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 119 : 1977 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein iodometrisches Verfahren zur halbquantitativen Bestimmung des Gehaltes an freien Phenolen in Phenoplast-Formteilen fest.

ANMERKUNG: Diese Internationale Norm liefert keine Absolutwerte der vorhandenen freien Phenole.

Der Gehalt an freien Phenolen in einem Formteil hängt in hohem Maße vom Grad der Aushärtung ab. Seine Bestimmung ist ebenfalls von Interesse, wenn mit der Möglichkeit der Verunreinigung von Lebensmitteln oder anderen Gegenständen gerechnet werden muß.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle normativen Dokumente unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO/R 385
Burettes

ISO 565
Test sieves – Woven metal wire cloth and perforated plate – Nominal sizes of apertures

ISO 648
Laboratory glassware – One-mark pipettes

3 Prinzip

Heißwasserextraktion der freien Phenole aus einer pulverisierten Probe. Iodierung des wäßrigen Extraktes mit einer Iodlösung in Gegenwart von Natriumtetraborat. Ansäuern, dann unmittelbare Titration des überschüssigen Iods mit einer standardisierten Natriumthiosulfatlösung unter Verwendung von Stärkelösung als Indikator. Auswertung unter der Annahme der Reaktion von sechs Iodatomen mit jeweils einem Phenolmolekül.

4 Reagenzien

Für die Bestimmung dürfen nur geprüfte Reagenzien mit analytischer Reinheit und nur destilliertes Wasser oder Wasser von gleichwertiger Reinheit verwendet werden.

4.1 Natriumtetraborat-Dekahydrat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$).

4.2 Schwefelsäure, 2 N Lösung^{N1}).

4.3 Iod, etwa 0,05 N Lösung^{N2}). 6,35 g werden in etwa 40 ml einer Kaliumjodidlösung (500 g/l) gelöst und mit Wasser auf 1000 ml verdünnt.

4.4 Natriumthiosulfat, 0,05 N Standardlösung^{N3}).

4.5 Stärke, etwa 2,5 g/l-Lösung.

5 Geräte

Gewöhnliche Laborgeräte und

5.1 Hilfsmittel zur Pulverisierung der Formteile.

5.2 Sieb, mit einer Nennmaschenweite von 250 μm , den Anforderungen von ISO 565 entsprechend.

5.3 Waage, mit Fehlergrenzen von 0,01 g.

5.4 Kolben mit Glasstopfen, 250 ml Nennvolumen.

5.5 Iodzahlkolben mit Glasstopfen, 250 ml Nennvolumen.

5.6 Tiegel oder Filtertrichter mit Glassinterfritte, Poren 40 bis 90 μm . Alternativ kann ein Trichter mit Filterpapier mittlerer Härte verwendet werden.

5.7 Pipetten, 5 ml und 10 ml Nennvolumen, den Anforderungen von ISO 648 entsprechend.

5.8 Büretten, den Anforderungen von ISO/R 385 entsprechend.

6 Probenherstellung

Eine repräsentative Probe der Formteile wird durch Feilen, Mahlen, Schleifen, Drehen oder Bohren zu Pulver zerkleinert, wobei zu beachten ist, daß keine übermäßige Erwärmung des Materials auftritt. Das so erhaltene Pulver wird unter Verwendung des Siebes (5.2) gesiebt. Bis zur weiteren Verwendung wird die Probe in einem fest verschlossenen Kolben aufbewahrt.

Die Extraktion mit Wasser (siehe 7.3) muß innerhalb einer Stunde nach der Zerkleinerung beginnen.

ANMERKUNG: Das Zerkleinerungsverfahren kann das Ergebnis beeinflussen. Im Streitfall oder für Schiedszwecke sollte das Verfahren zwischen den interessierten Parteien abgestimmt sein.

7 Durchführung

7.1 Probemengen

($5 \pm 0,1$) g des gesiebten Materials (siehe Abschnitt 6) werden auf 0,01 g eingewogen.

7.2 Blindversuch

Der Blindversuch wird durchgeführt, indem die 5 ml des wäßrigen Extraktes gegen 5 ml Wasser ersetzt werden und die Bestimmung genau so durchgeführt wird wie in 7.4 beschrieben.

^{N1}) Nationale Fußnote: 2 N Lösung Schwefelsäure bedeutet $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mol/l}$.

^{N2}) Nationale Fußnote: 0,05 N Lösung Iod bedeutet $c(1/2 \text{I}_2) = 0,05 \text{ mol/l}$.

^{N3}) Nationale Fußnote: 0,05 N Lösung Natriumthiosulfat bedeutet $c(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$.

7.3 Herstellung der Testlösung

Die Probemenge (7.1) wird in den Kolben (5.4) übergeführt und mit der zehnfachen Menge an 90 bis 100 °C heißem Wasser übergossen. Der Kolben wird verschlossen und so geschwenkt, daß das Pulver vollständig befeuchtet wird. Unter gelegentlichem Schwenken innerhalb einer Stunde auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Dann wird der Inhalt durch den Glasfildertiegel oder durch den Filtertrichter (5.6) filtriert.

7.4 Bestimmung

Mit einer Pipette (5.7) werden 5 ml des filtrierten Extraktes in einen Iodzahlkolben (5.5) überführt, dies entspricht 0,5 g des Pulvers. Dann werden 10 ml der Iodlösung (4.3) und 3 bis 4 g Natriumtetraborat (4.1) hinzugegeben und mit Wasser auf etwa 100 ml verdünnt. Der Kolben wird unmittelbar verschlossen. Die Mischung wird 10 min stehen gelassen, dann werden 20 bis 30 ml Schwefelsäure (4.2) hinzugegeben. Das überschüssige Iod wird sofort gegen Natriumthiosulfatlösung (4.4) titriert, wobei in der Nähe des Endpunktes 2 ml Stärkelösung (4.5) zugefügt werden und die Titration fortgesetzt wird, bis die blaue Iod/Stärke-Farbe verschwunden ist. Bedingt durch den Formstoff kann am Ende der Titration eine leichte Blaufärbung verbleiben.

8 Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an freien Phenolen, ausgedrückt als Massenanteil in % Phenol (C_6H_5OH) ergibt sich durch die Formel

$$\frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 0,0157 \cdot 100}{0,5} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 1,57}{0,5}$$

Dabei ist:

- V_1 das Volumen in Millilitern an Natriumthiosulfatlösung (4.4), das im Blindversuch (7.2) verbraucht wurde;
 V_2 das Volumen in Millilitern an Natriumthiosulfatlösung (4.4), das bei der Bestimmung (7.4) verbraucht wurde;
 T die Normalität^{N4} der Natriumthiosulfatlösung (4.4);
0,0157 die Masse Phenol in Gramm, die einem Milliliter exakt 1 N Natriumthiosulfatlösung^{N5}) entspricht;
0,5 die Masse der pulverisierten Probe in Gramm, entsprechend 5 ml des filtrierten Extraktes (siehe 7.4).

Falls $T = 0,05 \text{ N}^{\text{N3}}$ vereinfacht sich die Formel zur Berechnung des Gehaltes an freien Phenolen zu

$$0,157 (V_1 - V_2)$$

9 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß folgende Angaben enthalten:

- Hinweis auf diese Internationale Norm;
- alle notwendigen Angaben zur Identifizierung der Proben;
- das Verfahren, mit dem das Formteil zerkleinert wurde;
- Gehalt an freien Phenolen;
- Prüfdatum.

^{N3}) Siehe Seite 3.

^{N4}) Nationale Fußnote: Im Deutschen Normenwerk wird anstelle des Begriffs "Normalität" der Begriff "Äquivalentkonzentration" verwendet.

^{N5}) Nationale Fußnote: 1 N Lösung Natriumthiosulfat bedeutet $c(\frac{1}{2} Na_2S_2O_3) = 1 \text{ mol/l}$.