



Det här verket har digitaliserats vid Göteborgs universitetsbibliotek och är fritt att använda. Alla tryckta texter är OCR-tolkade till maskinläsbar text. Det betyder att du kan söka och kopiera texten från dokumentet. Vissa äldre dokument med dåligt tryck kan vara svåra att OCR-tolka korrekt vilket medför att den OCR-tolkade texten kan innehålla fel och därför bör man visuellt jämföra med verkets bilder för att avgöra vad som är riktigt.

This work has been digitized at Gothenburg University Library and is free to use. All printed texts have been OCR-processed and converted to machine readable text. This means that you can search and copy text from the document. Some early printed books are hard to OCR-process correctly and the text may contain errors, so one should always visually compare it with the images to determine what is correct.



**Rapport**

**R41:1977**

281

*Byggnadsstatik*

**Metod för kontroll av  
materialsammansättningen  
i PVC-rördelar**

**Göran Stjernman**

**Byggforskningen**

R41:1977

METOD FÖR KONTROLL AV MATERIALSAMMANSÄTTNINGEN I  
PVC-RÖRDELAR

METHOD FOR CONTROLLING THE COMPOSITION OF THE  
MATERIAL IN PVC-FITTINGS

Av Göran Stjernman

Denna rapport hänför sig till forskningsanslag  
740492-7 från Statens råd för byggnadsforskning  
till Statens provningsanstalt, avd i Göteborg.

TEKNISKA HOGSKOLAN I LUND  
SEKTIONEN FOR VAG- OCH VATTEN  
BIBLIOTEKET

Nyckelord:  
märkavlopp  
rördelar  
plast  
PVC  
provningmetoder  
medelmolekylvikt  
mjukningspunkt  
IR-spektrogram

UDK 620.16  
621.643.4  
691.175

R41:1977  
ISBN 91-540-3708-X  
Statens råd för byggnadsforskning, Stockholm

**LiberTryck Stockholm 1977**

## INNEHÅLL

SAMMANFATTNING		5	
SUMMARY		9	
1	BAKGRUND	13	
2	MÅLSÄTTNING	14	
3	ANALYSENS OMFATTNING	15	
3.1	Bestämning av K-värde	15	
3.2	Bestämning av mjukningspunkt	16	
3.3	Extraktion och upptagande av IR-spektrogram	17	
4	ANALYSENS GENOMFÖRANDE	19	
5	PROVNINGSMETOD	23	
5.1	Orientering	23	
5.2	Utförande	23	
	LITTERATUR	25	
BILAGOR	1	Utrinringstider och K-värden	27
	2	Korntyp och extraheringstid	30
	3 - 10	Preparering av prov för IR	31
	11	Mjukningspunkter, K-värden och extraktmängder	39
	12	Röntgenfluorescensspektrofotometrisk analys	40
	13 - 17	IR-spektrogram på eterextrakt	41
	18	Mjukningspunkter, K-värden och extraktmängder	46
	19 - 28	IR-spektrogram på eterextrakt	47
REFERAT		57	



## SAMMANFATTNING

Kvalitetskontrollen av markavloppsrör av PVC baseras på provning av rören vid förhöjd temperatur och med inre övertryck. Om rören uthärdar provningen och uppfyller normens krav antas livslängden vara större än 50 år. Rördelar kan inte provas på detta sätt. För typgodkännande av dessa formsprutar man på tillverkningsstället raka rörbitar av material av samma receptur som skall användas för sprutning av rördelarna. Om rörbitarna klarar provning enligt ovan anses materialet vara av sådan kvalité att rördelarna förväntas få avsedd långtidshållfasthet. För att var och när som helst kunna kontrollera att rördelarna tillverkas av den godkända recepturen fordras en karaktäristik av materialet så att en jämförelse mellan de i samband med typprovningen formsprutade raka rören och de senare tillverkade rördelarna kan göras.

Undersökningen syftar till en analysmetod av relativt ringa omfattning. Denna tänktes bestå av följande huvudpunkter: K-värdesbestämning, mjukningspunktsbestämning och extraktion m m för karaktärisering av tillsatsmedel hos PVC.

Med ovanstående utgångspunkter studerades följande egenskaper och förfaringssätt.

K-värdesbestämning utfördes på material ur formsprutad del utan att tillsatsmedlen separerats. Mätningarna utfördes dock på sätt som anges i DIN 53 726. Det på detta sätt bestämda K-värdet utgör alltså inte något mått på PVC-råvarans medelmolekylvikt. Det visade sig att trots tillsatsmedlen är reproducerbarheten på viskositetsmätningarna god, vilket är det väsentligaste i detta sammanhang där syftet är att jämföra olika material och inte att bestämma det egentliga K-värdet för de ingående PVC-råvarorna.



Mjukningspunktsbestämning utfördes enligt DIN 53 460.

Extraktion av material ur de formsprutade delarna utfördes och IR-spektrogram på extraktet upptogs i syfte att få en bild av materialets sammansättning - främst med avseende på organisk substans. Någon analys i avsikt att identifiera de organiska föreningarna utfördes inte utan spektrogrammen, upptagna på material från de olika delarna, jämfördes med varandra för att konstatera om likhet förelåg eller ej. Dessutom bestämdes mängden extraherat material, vilket resultat också användes vid jämförelsen. Extraktionen utfördes i Soxhletapparat med etyleter som lösningsmedel och inverkan av korntyp och kornstorlek samt extraheringstid fastställdes. Vidare undersöktes den för IR-analysen väsentliga prepareringen av provet, vilket gav som resultat en lämplig metod att placera extraktet på en NaCl-platta.

Förutom ovan relaterade undersökningar utfördes även en röntgenfluorescensspektrofotometrisk undersökning, vilken gav i huvudsak samma information vid jämförelse mellan materialen (recepturerna) som de övriga bestämningarna - främst IR-spektrofotometrin. Denna bestämning kan inte ersätta någon av de ovan nämnda och då bidraget till karaktäristiken av recepturen ställd i relation till de övriga bidragen och till den dyrbara utrustning, som krävs för röntgenfluorescensspektrofotometri, är av mindre omfattning, bedöms denna bestämning inte böra utgöra en del av de i analysmetoden ingående bestämningarna.

Undersökningarna har visat att det synes väl genomförbart att med en grupp av relativt enkla bestämningar kunna påvisa avvikelser mellan PVC-material av här studerad typ.



I de fall då en karaktärisering av PVC-material är önskvärd synes en lämplig sådan erhållas genom följande bestämningar:

- a) Bestämning av K-värdet
- b) Bestämning av mjukningspunkt
- c) Extrahering och upptagande av IR-spektrofotogram

Analysmetoden torde vara särskilt lämpad att utgöra en uppföljning av typprovningen av formsprutade rördelar och en komplettering till metoderna för fortlöpande kvalitetskontroll.



## SUMMARY

The quality control of underground sewage pipes of PVC is based on testing of the pipes at an elevated temperature and with an internal hydrostatic pressure. If the pipes endure the testing and meet the requirements of the appropriate standard, their lifetime is supposed to be more than 50 years. The fittings cannot be tested in the same manner. For type approval of these, straight pieces of pipes are produced by the producing plant using the recipe intended to be used for injection moulded fittings. If the pieces of pipes endure testing as above, the material is considered to be of such a quality that the fittings can be expected to have the intended long term resistance. To be able to - anywhere and at any time - control that the fittings are produced according to the approved recipe, a characterization of the material is necessary, so that a comparison of the straight pipes, injection moulded in connection with the type testing, and the later produced fittings can be made.

This investigation was made in order to find a limited set of test methods. This set of methods was intended to consist of following parts: Determination of k-value and determination of vicat softening point of the polymer and extraction and characterization of the additives.

The following properties and proceedings were studied.

Determination of k-value was performed on materials from injection moulded fittings without separating the additives. The measurements were carried out in a way described in DIN 53 726. The k-value determined in this way is not a measure of the average molecular weight of the PVC. It was shown, however, that in spite of the presence of the additives, the reproducibility of the viscosity measurements was good, which is the most important in this connection, where the intention is to compare different materials with each other and not to determine the k-values for the PVC raw materials in question.

The determination of vicat softening point was made according to DIN 53 460.

The extraction of material from the injection moulded fittings was performed and an IR-spectrophotogram for the extract was recorded to get a picture of the composition of the material - regarding organic matter. No attempts to identify the organic matter were made. Instead, the spectrophotograms, recorded for material from the different fittings, were compared with each other to establish if there was a resemblance or not. Furthermore the amount of extracted matter was determined, these results also being used in the comparison. The extraction was carried out in a Soxhlet apparatus with ethyl ether as solvent and the effects of particle shape and size and extraction time were determined. Furthermore, the method of preparation of the IR-samples was examined.

Besides the investigations described above, a roentgen fluorescence spectrophotometric investigation was performed, which on the whole gave the same information, when comparing the materials (recipes), as the other determinations - especially the IR-spectrophotometry. This determination cannot, however, replace any of the above mentioned methods and as its contribution to the characterization of the material in relation is of a minor importance, this method is not to be used.

These investigations have shown that it appears well practicable to indicate divergences among PVC-materials, of the type that has been studied here, with a set of relatively simple methods.

In those cases when a characterization of a PVC-material is desirable a suitable one can be obtained by following determinations:

- a) Determination of k-value
- b) Determination of vicat softening point
- c) Extraction and recording of IR-spectrophotogram

This set of methods would be well adapted for following up the type test of injection moulded fittings and a complementary of the methods for continuous quality control.





## 1 BAKGRUND

Avloppsledningar i plast för markförläggning har under senare år varit föremål för ett stort intresse ur såväl dimensionerings- som provningsteknisk synpunkt. De i en ledning ingående raka rören kan, till skillnad från rördelarna (språng, grenrör m m), provas enligt metoder, som ger möjlighet att extrapolera resultaten till långa tider. Dessa metoder baseras på provning av rören vid förhöjd temperatur ( $60^{\circ}\text{C}$ ) och med inre övertryck. Om rören uthärdar provningen och uppfyller normens krav antas livslängden vara större än 50 år. Metoderna används både för typkontroll och fortlöpande kvalitetskontroll. Vid provning av rördelar kan ovan nämnda metoder inte användas p g a delarnas geometriska utformning, varför dessas långtidshållfasthet inte kan uppskattas på samma relativt enkla sätt som de raka rören. Man har då valt att formspruta raka rör av material enligt de recept, som används vid tillverkning av rördelar, för att sedan prova dessa rör på samma sätt som de extruderade raka rören. Detta förfaringsätt är emellertid både omständligt och dyrbart och har hittills använts enbart i samband med typkontroll. Den fortlöpande kvalitetskontrollen fordrar en inte alltför omständlig provningsmetod och att provtagning skall kunna ske var och när som helst.



## 2 MÅLSÄTTNING

En enkel metod för direkt bestämning av rördelars kvalitet vad avser långtidshållfasthet förefaller avlägsen, varför framtagning av en relativt enkel indirekt metod för användning vid fortlöpande kvalitetskontroll av PVC-rördelar varit målet för denna undersökning.

Metoden bygger på att typkontroll utföres som anges under 1, nämligen att rokrör formsprutas och provas. Huruvida metoden även är användbar i de fall rokröret extruderats i stället för formsprutats, har inte undersökts i detta sammanhang utan det har här gällt att jämföra formsprutade detaljer. På basis av provningsresultaten från ovan nämnda provningar godkännes vissa recepturer för användning till rördelar. En karaktäristik på materialet i formsprutade rokrör resp rördelar framtages genom en analys av betydligt mindre omfattning än en totalanalys. Rokrörets och rördelens karaktäristik jämförs för att konstatera huruvida materialet är detsamma.

Om materialet är detsamma i formsprutat rokrör, som provats och befunnits ha acceptabel långtidshållfasthet, och i rördel, finns förutsättning för att även rördelen har acceptabel långtidshållfasthet.

### 3 ANALYSENS OMFATTNING

Analysen tänkes bestå av tre relativt enkla undersökningar, ur vilkas resultat - ett eller flera - det skall vara möjligt att konstatera en förändring i en receptur eller en skillnad mellan två recepturer utan att behöva fastställa exakt vari denna förändring eller skillnad består.

#### 3.1 Bestämning av K-värde

Bestämning av K-värde utförs vanligen på rent PVC-material och utgör ett mått på medelmolekylvikten. Meningen här har varit att bestämma K-värdet på material ur de formsprutade delarna utan att dessförinnan behöva separera tillsatsmedlen från PVC-materialet. I detta sammanhang utgör således inte K-värdet ett mått på medelmolekylvikten hos det i recepturen ingående PVC-materialet, men ger en uppfattning om på vilken nivå denna ligger. Det väsentliga är emellertid att viskositetsmätningarna inte störs av tillsatsmedlen utan ger reproducerbara resultat, så att jämförelse kan ske mellan material från olika delar.

Det finns ett stort antal metoder, beskrivna i såväl standarder som annan litteratur, med hjälp av vilka ett mått på medelmolekylvikten kan erhållas. Gemensamt för de olika metoderna är att viskositetsmätningar på utspädda lösningar utförs, men koncentration, lösningsmedel och temperatur varierar. Några vanliga standarder är ASTM D 1243 metod A och B (Inherent resp Specific Viscosity), ISO/R 174 (Viscosity Number) och DIN 53 726 (k-Wert). Samtliga i denna undersökning gjorda bestämningar har utförts enligt DIN 53 726.

Tre serier bestämningar utfördes på ren PVC, på compound och på material ur formsprutat rör. PVC-råvaran, som var i pulverform, ingick tillsammans med tillsats-

medel i compoundet (i pulverform) av vilket det formsprutade röret var tillverkat. Ytterligare två serier bestämningar utfördes men denna gång utan att mäta på ren polymer. På BIL 1 redovisas uttrinngstiderna för de olika lösningarna och de ur dessa beräknade K-värdena för materialen. Som framgår av ovan nämnda bilaga har bestämningar utförts på fem olika recepturer baserade på PVC-råvara av tre olika fabrikat. Det intressanta i detta sammanhang är variationen i uttrinngstid inom varje mätserie. Resultaten visar att variationerna är mycket små och ligger samtliga inom kraven i DIN 53 726. Detsamma gäller för de mätningar, som utförts i samband med användandet av analysmetoden, se 4. Man torde därför kunna dra slutsatsen att tillsatsmedlen ej stör viskositetsmätningarna.

### 3.2 Bestämning av mjukningspunkt

Mjukningspunkten uttryckt i  $^{\circ}\text{C}$  är relaterad till glasomvandlingstemperaturen, varför förändringar i värdet på mjukningspunkten fysikaliskt sett är förändringar i glasomvandlingstemperaturen. Vad som kan påverka denna är bl a molekylvikten hos (den i recepturen ingående) polymeren och lågmolekylära substanser. Molekylviktens inverkan i detta sammanhang kan betraktas som helt obetydlig då en förändring av K-värdet från 56 till 65, vilket motsvarar en förändring av antalsmedelvärdet ( $\bar{M}_n$ ) med 15 000, endast ger en förändring av glasomvandlingstemperaturen med ca  $0,5^{\circ}\text{C}$ . Tillsatsmedlen däremot kan ha stor inverkan på glasomvandlingstemperaturen och således på mjukningspunktens läge.

Metoden att bestämma mjukningspunkten (vicatpunkten, vicattemperaturen) finns beskriven i ASTM D 1525, DIN 53 460 och ISO/R 306 samt i, med den senaste överensstämmande, förslaget till svensk standard SIS 16 14 15. Provkropparnas antal och storlek skiljer nå-

got mellan ovan nämnda standarder. De i denna undersökning gjorda bestämningarna utfördes enligt föreskrifterna i DIN 53 460.

### 3.3 Extraktion och upptagande av IR-spektrogram

Extraktion av material ur de formsprutade delarna utfördes och IR-spektrogram på extraktet upptogs i syfte att få en bild av materialets sammansättning - främst med avseende på organisk substans. Någon analys i avsikt att identifiera de organiska föreningarna utfördes inte utan spektrogrammen, upptagna på material från de olika delarna, jämfördes med varandra för att konstatera om likhet föreligger eller ej. Dessutom bestämdes mängden extraherat material, vilket resultat också användes vid jämförelsen.

I ASTM D 2124 finns en metod beskriven för karaktärisering av PVC-recepturer. Denna går ut på att separera mjukgörare, stabilisatorer och fyllmedel med extraktion och centrifugering och identifiera dem med IR-spektrometri. Metoden är huvudsakligen avsedd att undersöka recepturer med viss sammansättning. Följande tillsatsmedel omfattas av denna metod: mjukgörare (DOP, "Epoxidized soy bean oil" och TCP), stabilisatorer (basiskt blykarbonat, tribasiskt blyulfat och dibasiskt blyftalat) och fyllmedel (lera, kalciumkarbonat och antimontrioxid). Metoden är inte väl lämpad att använda i denna undersökning bl a därför att den främst avser mjukgjorda PVC-kvalitéer.

Material ur de formsprutade delarna extraherades i Soxhletapparat med etyleter som lösningsmedel och inverkan av korntyp och kornstorlek samt extraheringstid undersöktes.

Den ena av de två korntyperna var i form av tunna spån med en diameter varierande mellan 1 och 4 mm och med en tjocklek varierande mellan 0,1 och 0,3 mm. Den andra typen var i form av krossmaterial och där undersöktes fraktionerna  $\leq 0,5$  mm och  $\leq 0,25$  mm. Som framgår av BIL 2 gav den förstnämnda korntypen större utbyte än båda fraktionerna av det krossade materialet efter samma extraheringstid.

För att kunna minimera extraheringstiden avbröts extraheringen med jämna mellanrum och extraktmängden bestämdes. Detta utfördes på såväl spån som krossat material och tillräcklig tid för extraktionen bedömdes vara 9 timmar - se BIL 2.

Vid utförande av IR-analys på extraktet undersöktes i huvudsak två tillvägagångssätt vid prepareringen av provet. Det enklaste sättet, att lägga en droppe av extraktet löst i eter på en NaCl-platta och trycka en annan NaCl-platta mot den första så att lösningen flyter ut mellan plattorna, visade mindre god reproducerbarhet. Det andra sättet, att med hjälp av ett kapillärrör placera små droppar intill varandra på en NaCl-platta, undersöktes närmare. Skiktjockleken varierades och såväl en som två plattor användes (BIL 3-10). I de fall två NaCl-plattor användes fick extraktet torka, till dess konsistensen blev pastaliknande, innan den andra plattan pålades. Det visade sig att stor noggrannhet vid prepareringen kräves för att få ut maximal information. Anledningen till att en kyvett innehållande utspädd lösning av extraktet inte användes var svårigheten, att få kyvetten ren efter användandet.



## 4 ANALYSENS GENOMFÖRANDE

Uppläggningsen av undersökningarna har betingats av att dessa måst ske på ett bestämt antal recepturer, vilkas sammansättning i detalj varit fabriks hemligheter och alltså ej kända. Det har således varit omöjligt att kontrollerat variera varje enskild komponent för att bestämma metodens noggrannhet.

En första serie analyser utfördes på material uttaget ur fem olika rördelar, benämnda AD 1 - AD 5. Enligt uppgift från rördelstillverkaren var två av delarna tillverkade av recepturer, vars stabilisatorsystem var skilt från det som ingick i recepturerna för de återstående tre delarna. Skillnaden mellan recepturerna, som har samma stabilisatorsystem, skulle vara obefintliga eller i det närmaste obefintliga.

Vid betraktande av analysresultaten (BIL 11 och BIL 13-17) kan rördelarna med hänsyn till recepturen indelas i två grupper, benämnda I och II, där grupp I innehåller två rördelar, AD 1 och AD 2, och grupp II tre delar, AD 3, AD 4 och AD 5. Inom grupperna kan inga signifikanta skillnader observeras. Detta överensstämmer väl med de uppgifter, som erhållits från rördelstillverkaren. Vid betraktande av varje analysmetod för sig konstateras följande:

Resultaten från K-värdesbestämningarna ger inte möjlighet att urskilja någon signifikant skillnad mellan de fem rördelarna, vilket får tolkas så att samma PVC-råvara använts i de fem recepturerna eller att, om flera PVC-råvaror använts, dessa har samma medelmolekylvikt.

Ur mjukningspunktsbestämningarnas resultat kan ur de fem rördelarna urskiljas två grupper, I och II, innehållande två delar, AD 1 och AD 2, vilka är desamma,

som ingår i ovan nämnda grupp I, respektive tre delar, vilka således är desamma som i ovan nämnda grupp II. Inom grupperna får skillnaderna betraktas som små. En slutsats, som kan dragas är att i recepturerna i grupp II ingår mer tillsatsmedel än i grupp I.

Med avseende på såväl de erhållna extraktmängderna som jämförelse av de på extraktet upptagna IR-spektrogrammen kan följande uppdelning av recepturerna göras. Till grupp I hänförs två delar, AD 1 och AD 2, och till grupp II tre, AD 3, AD 4 och AD 5. Vid betraktande av den erhållna extraktmängden konstateras att recepturerna tillhörande grupp II innehåller mer eterlösligt material än grupp I. Det går dock ej att här avgöra om den totala mängden tillsatsmedel är större i den ena gruppen än i den andra.

Denna första serie undersöktes även med röntgenfluorescensspektrofotometer. Detta för att få ytterligare kontroll på analysresultaten utöver de uppgifter tillverkaren lämnat. Fullständig kvantitativ undersökning utfördes ej varför de på BIL 12 redovisade resultaten är behäftade med relativt stor osäkerhet. En indelning i grupper kan dock göras, vilka blir desamma som ovan beskrivna.

Ytterligare en serie analyser, omfattande fem olika recepturer, utfördes på material uttaget ur formsprutade rör och rördelar. Två formsprutade delar ur varje receptur undersöktes på samma sätt som relaterats ovan. Skillnaderna mellan resultaten från rördelar som tillverkats av samma receptur är mycket små. Mest märkbara är de vid betraktande av extraherad mängd och minst märkbara vid jämförandet av IR-spektrogrammen där ibland fullständig identitet (kvalitativ) råder. Mellan de olika recepturerna är dock skillnaderna stora, främst med avseende på IR-spektrogrammen (BIL 18-28).



De ovan redovisade resultaten visar att betydelsefulla skillnader mellan recepturer klart kan detekteras. Även mycket små skillnader kan upptäckas om än med viss osäkerhet. Noggrannheten hos metoden har inte kunnat fastställas exakt, då kontrollerade variationer i indata ej varit möjliga.

Den ovan nämnda röntgenfluorescensspektrofotometriska undersökningen kan inte ersätta någon av de övriga bestämningarna och bidraget till karaktäristiken av recepturen ställd i relation till de övriga bidragen och till den dyrbara utrustning, som krävs för röntgenfluorescensspektrofotometri, är av mindre omfattning, bedöms denna bestämning inte böra utgöra en del av de i analysmetoden ingående bestämningarna.

Undersökningen har visat att det synes väl genomförbart att med en grupp av relativt enkla bestämningar kunna påvisa avvikelser mellan PVC-material av här studerad typ.

I de fall då en karaktärisering av PVC-material är önskvärd synes en lämplig sådan erhållas genom följande bestämningar:

- a) Bestämning av K-värdet
- b) Bestämning av mjukningspunkt
- c) Extrahering och upptagande av IR-spektrofotogram.

Analysmetoden torde vara särskilt lämpad att utgöra en uppföljning av typprovningen av formsprutade rördelar för markavlopp och en komplettering till metoderna för fortlöpande kvalitetskontroll.



## 5 PROVNINGSMETOD

### 5.1 Orientering

Metoden avser jämförelse mellan två formsprutade produkter tillverkade av icke mjukgjord PVC för att konstatera om sammansättningen är densamma eller ej. Det är inte meningen att identifiera eller kvantifiera ingående beståndsdelar. Metoden består av tre delbestämningar: K-värdesbestämning, mjukningspunktsbestämning och bestämning av extraktmängd och upptagande av IR-spektrogram efter extrahering.

### 5.2 Utförande

En del av de i analysen ingående bestämningarna utföres på samma sätt som finns beskrivet i vedertagna standarder, varför i förekommande fall hänvisning till dessa utan närmare beskrivning sker. I de fall metoden inte finns beskriven i någon standard eller då avvikelser från angiven standard förekommer, lämnas närmare beskrivning av tillvägagångssättet.

K-värdesbestämning utföres enligt DIN 53 726. Observeras bör att det inte är K-värdet på PVC-råvaran som bestäms i detta fall. Provmaterialet uttas ur de formsprutade delarna med planspånande rasp "Surform", fräs eller annan anordning, som ger som resultat tunna spån, vilka har stor yta i förhållande till sin volym. Materialet skall tas ut tvärs igenom delens gods.

Mjukningspunktsbestämning utföres enligt DIN 53 460.

Extraktmängd bestäms och IR-spektrogram upptas efter extrahering. Denna kräver följande utrustning:

Soxhletextraktor 100 ml, papphylsa, kylare, rundkolv 250 ml, termostatreglerat sandbad, ventilerad ugn, exsickator och vattenbad.

Extraheringen utföres enligt följande. Rundkolven torkas i ventilerad ugn vid ca  $105^{\circ}\text{C}$  i 0,5 h och väges efter att ha svalnat i exsickator. Det invägda materialet - ca 6 g - placeras i extraktionshylsan och ovanpå detta lägges en i eter tvättad och urkramad bomullstuss för att förhindra att materialet rinner över hylsan. Extraktionen utföres med ca 150 ml etyl-eter i 9 h, varefter etern avdrives på vattenbad och extraktet torkas i ugn. Vägning av kolv och extrakt sker efter avsvälning i exsickator.

För upptagande av IR-spektrogram på extraktet utföres en preparering på så sätt att extraktet löses i en liten mängd eter och placeras med hjälp av ett kapillär-rör på en NaCl-platta. Lösningen lägges i små droppar intill varandra och får torka något så att den får en pastaliknande konsistens. Därefter placeras en annan NaCl-platta på denna och plattorna sammantryckes något så att ett sammanhängande skikt av extraktet bildas mellan dem, varefter de fixeras vid varandra och placeras i IR-spektrofotografen. Det är väsentligt att skiktet blir jämnt och lagom tjockt. För att erhålla optimalt resultat kan det vara nödvändigt att göra flera prepareringar.

## LITTERATUR

Asknes, O & Faringer-Thorsén, M, 1971

Analys av PVC-kompound. Modern Kemi 5 p. 33-37

Matthews, G A R & Pearson, R B, 1963

Molecular Weight Characteristics of PVC.

Plastics, May, p. 98-99

Billmeyer Jr, F W, 1971, Textbook of Polymer Science  
(John Wiley & Sons, Inc.) New York

Matthews, George, 1972, Vinyl and Allied Polymers,  
Volume 2, Vinyl Chloride and Vinyl Acetate Polymers  
(Iliffe Books) London

ASTM D 1243-66 (1972), Test of Dilute Solution  
Viscosity of Vinyl Chloride Polymers.

ASTM D 1525-70, Test for Vicat Softening Point of  
Plastics.

ASTM D 2124-70, Analysis of Components in Poly (Vinyl  
Chloride) Compounds Using an Infrared Spectrofotometric  
Technique.

DIN 53 460, Prüfung von Kunststoffen. Bestimmung der  
Vicat-Erweichungstemperatur von nichthärtbaren Kunststoffen.

DIN 53 726, Prüfung von Kunststoffen. Bestimmung der  
Viskositätszahl und des K-Wertes von Polyvinylchloriden  
in Lösung.

ISO/R 306-1968, Determination of the Vicat Softening Temperature of Thermoplastics.

Förslag till SIS 16 14 15, Bestämning av termoplasters mjukningspunkt enligt Vicat.



Utrinringstider och K-värden

Råmaterial A	Råmaterial A + tillsatsmedel X (compound)	Formsprutat rör
Utrinringstid:	Utrinringstid:	Utrinringstid:
328,0	324,6	321,0
327,9	324,3	321,0
328,2	324,6	321,0
328,0	324,6	321,0
328,1	324,5	321,0
K-värde:	"K-värde":	"K-värde":
65,0	63,6	62,7

-----

Råmaterial B	Råmaterial B + tillsatsmedel Y (compound)	Formsprutat rör
Utrinringstid:	Utrinringstid:	Utrinringstid:
330,5	321,4	322,2
330,7	321,5	322,2
330,6	321,3	322,4
330,7	321,3	322,4
330,7	321,5	322,1
K-värde:	"K-värde":	"K-värde":
65,2	63,2	63,5



Råmaterial B	Råmaterial B + tillsatsmedel Z (compound)	Formsprutat rör
Utrinringstid:	Utrinringstid:	Utrinringstid:
330,5	325,5	325,0
330,7	325,3	325,1
330,6	325,5	325,0
330,7	325,5	325,1
330,7	325,2	325,0
K-värde:	"K-värde":	"K-värde":
65,2	63,9	63,8

Råmaterial C + tillsatsmedel (compound)	Formsprutat rör
---	--------------------

---

Utrinningstid:	Utrinningstid:
----------------	----------------

330,6	328,1
-------	-------

330,5	328,1
-------	-------

330,4	328,2
-------	-------

330,5	328,0
-------	-------

330,7	328,2
-------	-------

"K-värde":	"K-värde":
------------	------------

65,4

65,2

---

Råmaterial D + tillsatsmedel (compound)	Formsprutat rör
---	--------------------

---

Utrinningstid:	Utrinningstid:
----------------	----------------

329,1	326,3
-------	-------

328,8	326,2
-------	-------

329,0	326,2
-------	-------

328,7	326,0
-------	-------

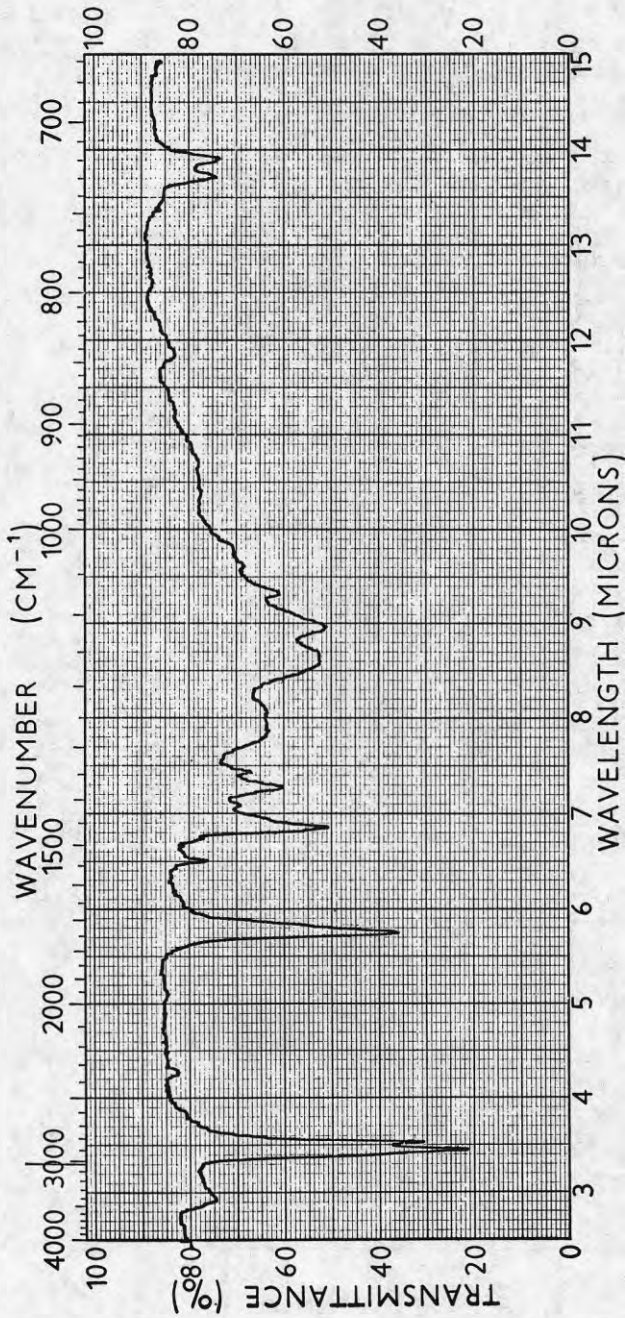
"K-värde":	"K-värde":
------------	------------

65,0

64,9

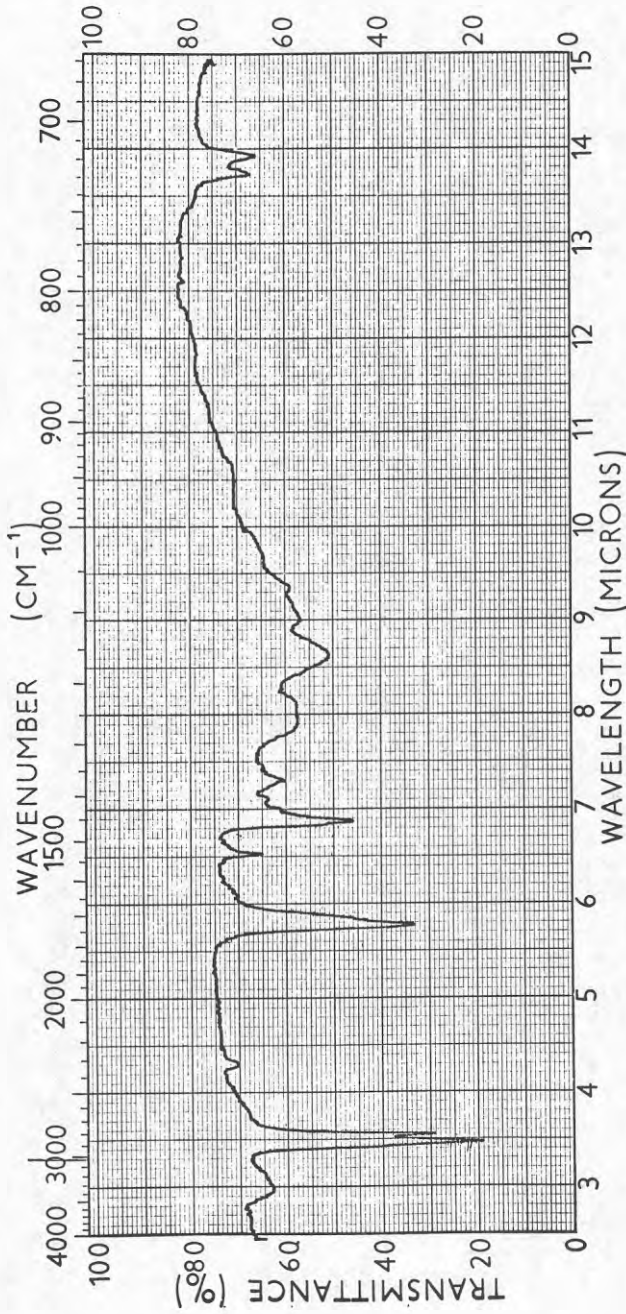
Korntyp och extraheringstid

Korntyp	Korn- storlek	Extraktmängd i % av det invägda provets vikt efter extrahering i		
		6 h	9 h	12 h
Kross- material	≤0,5 mm	0,64	0,66	-
Kross- material	≤0,5 mm	0,69	0,72	-
Kross- material	≤0,25 mm	1,08	1,13	1,18
Kross- material	≤0,25 mm	0,88	0,93	1,02
Spån		1,19	1,22	1,22
Spån		1,10	1,12	1,12



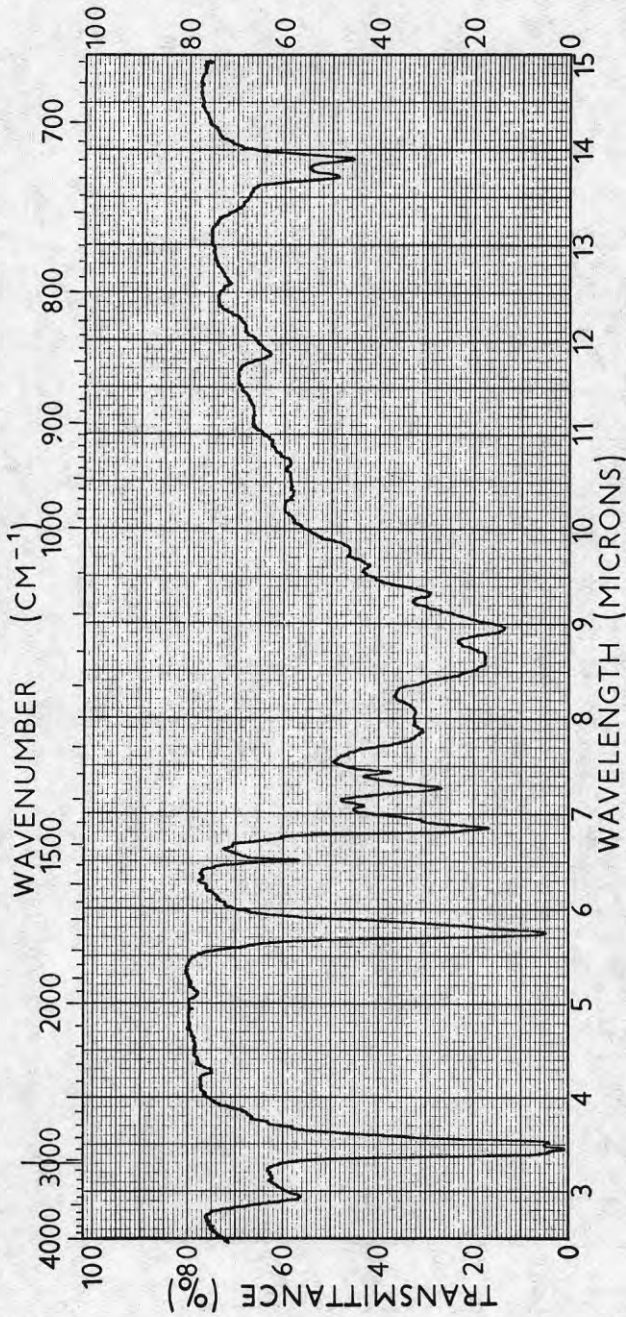
Preparering av prov för IR

1. Tunt skikt - en NaCl-platta.



Preparering av prov för IR

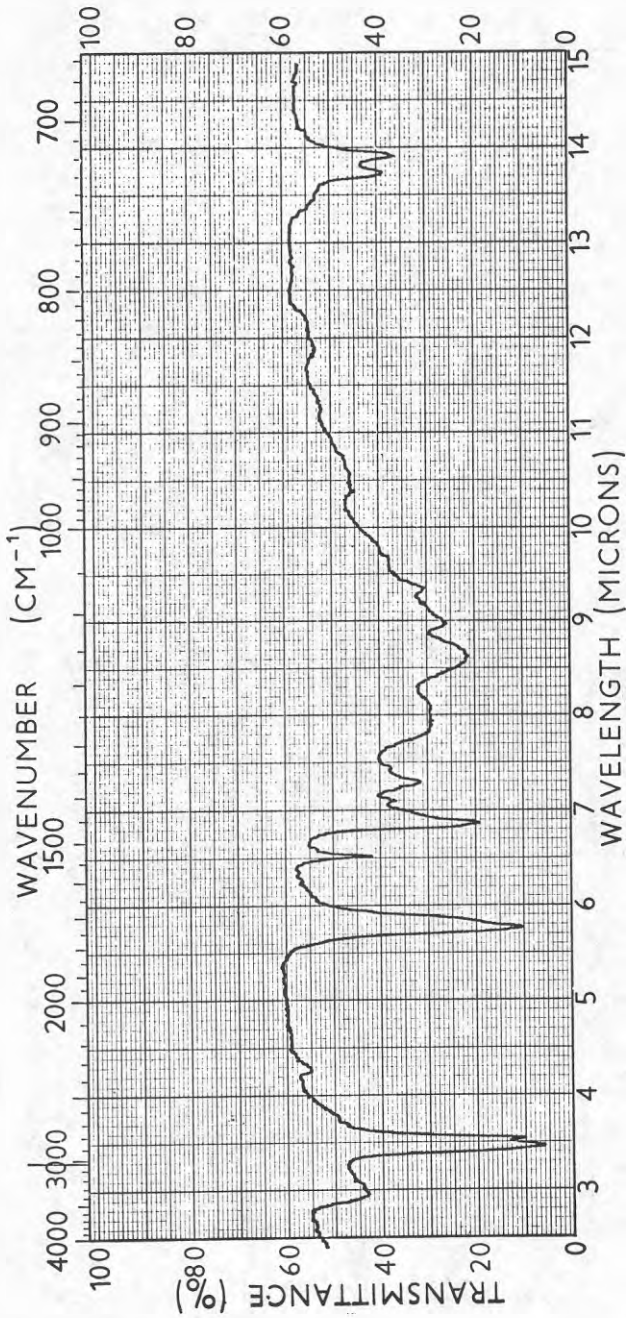
2. Tunt skikt (som 1) - två NaCl-plattor (känsligheten ökades).



Preparering av prov för IR

3. Tjockare skikt än 1 och 2 - en NaCl-platta.

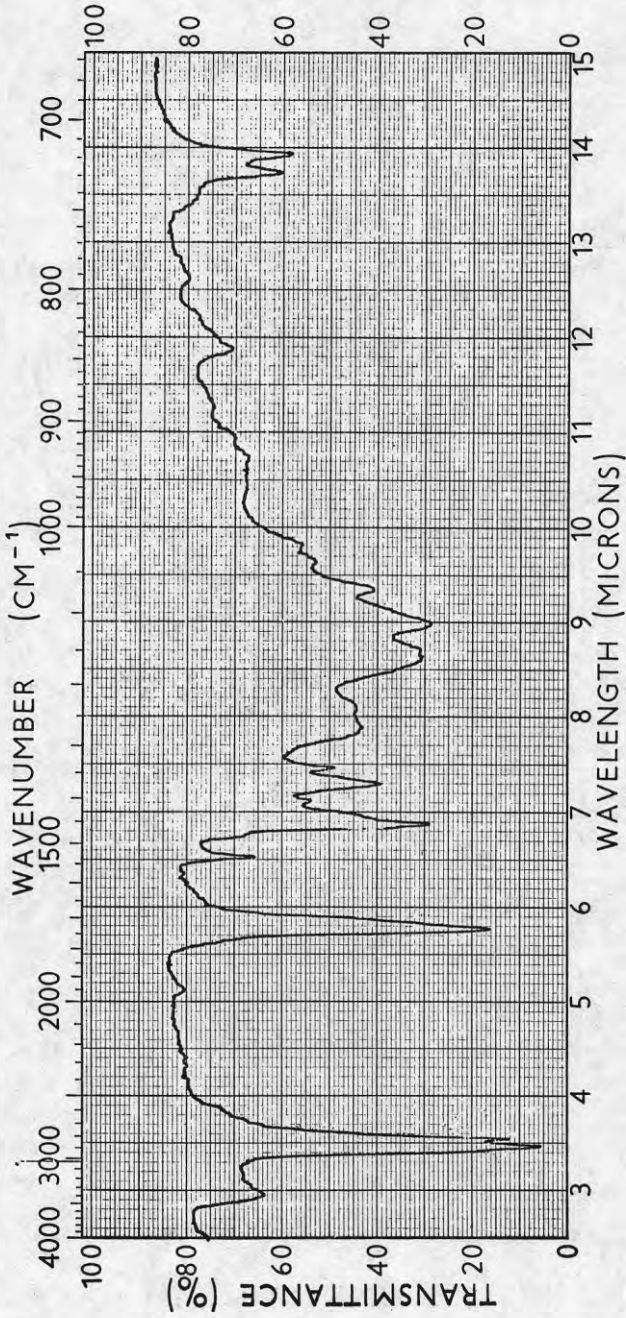




Preparering av prov för IR

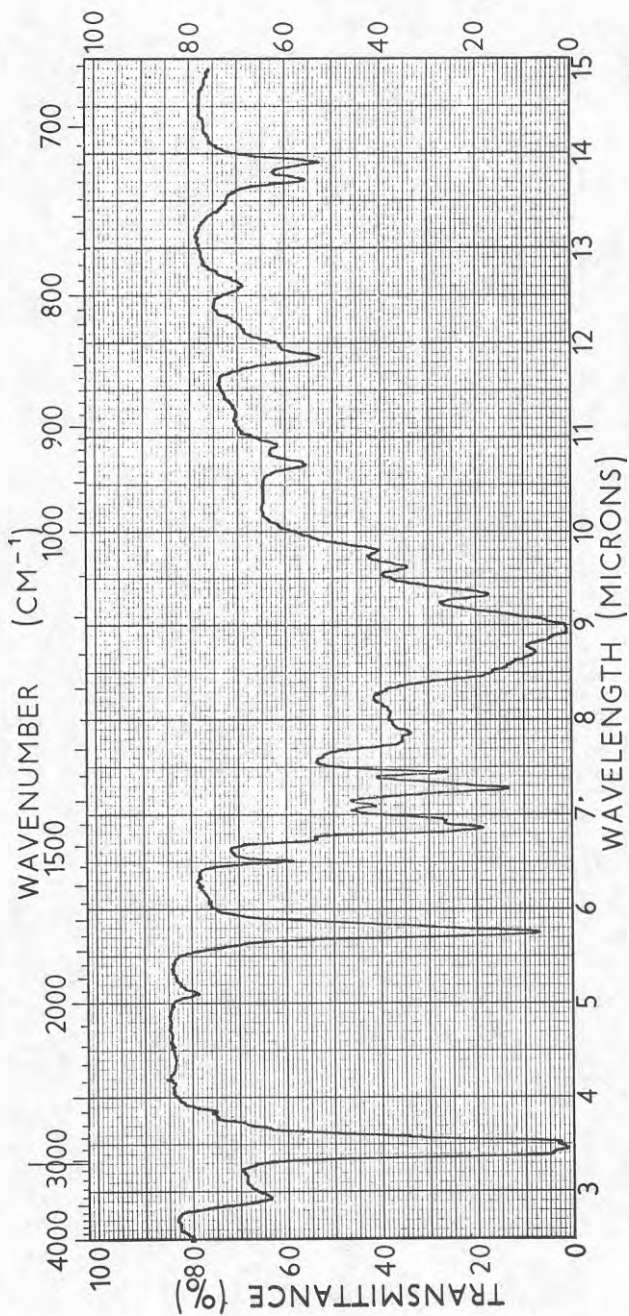
4. Tjockare skikt (som 3) - två NaCl-plattor. Plattorna gnuggades mot varandra.





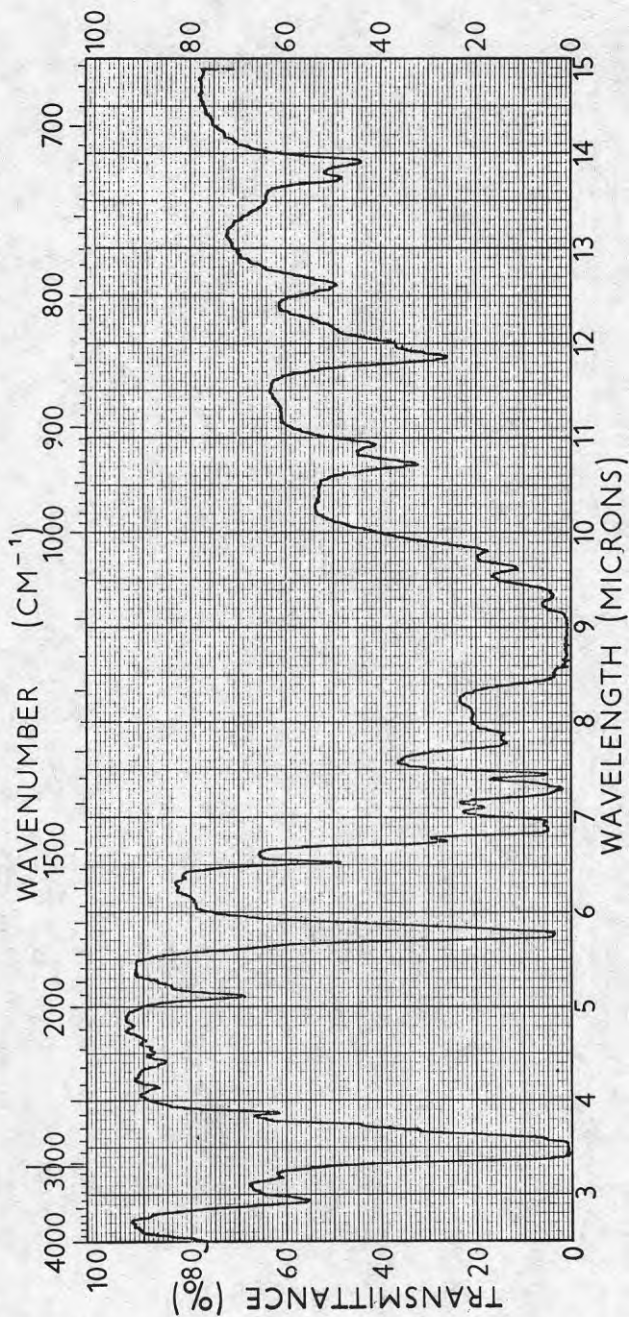
Preparering av prov för IR

5. Mycket jämnt skikt (tjocklek som 3 och 4) - en NaCl-platta.



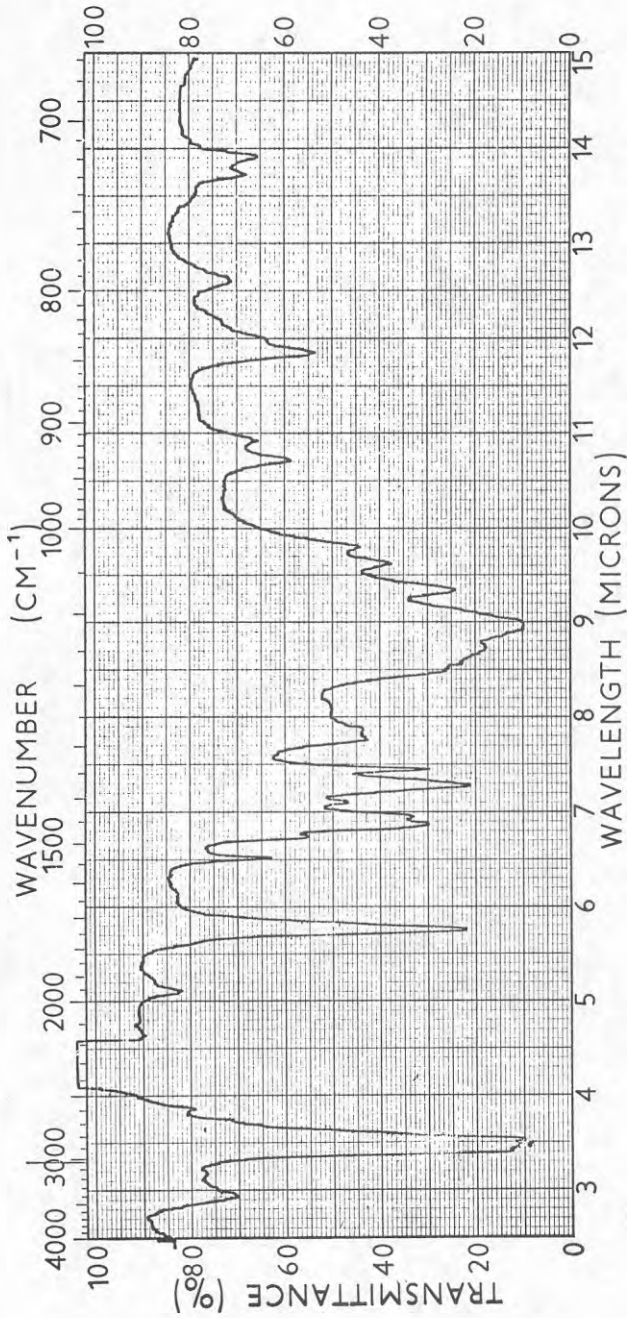
Preparering av prov för IR

6. Mycket jämnt skikt (som 5) - två NaCl-plattor.



Preparering av prov för IR

7. Tjockt och ojämnt skikt - en NaCl-platta.



Preparering av prov för IR

8. Tjockt och ojämnt skikt - två NaCl-plattor.

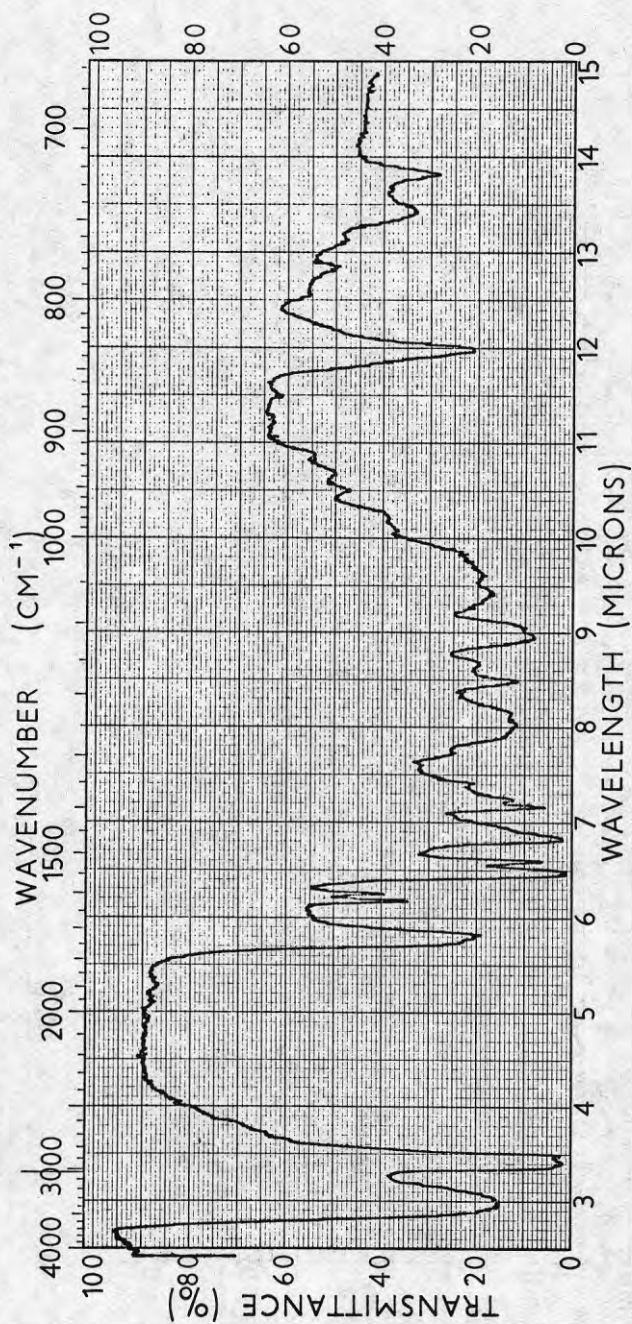
Mjukningspunkter, K-värden och extraktmängder

Rördel nr	Mjuknings- punkt °C	K-värde	Extraherad mängd %
AD 1	83,5	62,3	0,54
AD 2	82,9	62,7	0,64
AD 3	79,9	63,3	1,55
AD 4	80,5	62,9	1,21
AD 5	79,8	62,8	1,36
Medelvärde			
AD 1			
AD 2	83,2	62,5	0,59
AD 3			
AD 4			
AD 5	80,1	63,0	1,37
Standardavvikelse			
AD 1			
AD 2	0,4	0,3	0,07
AD 3			
AD 4			
AD 5	0,4	0,3	0,17



Röntgenfluorescensspektrofotometrisk analys

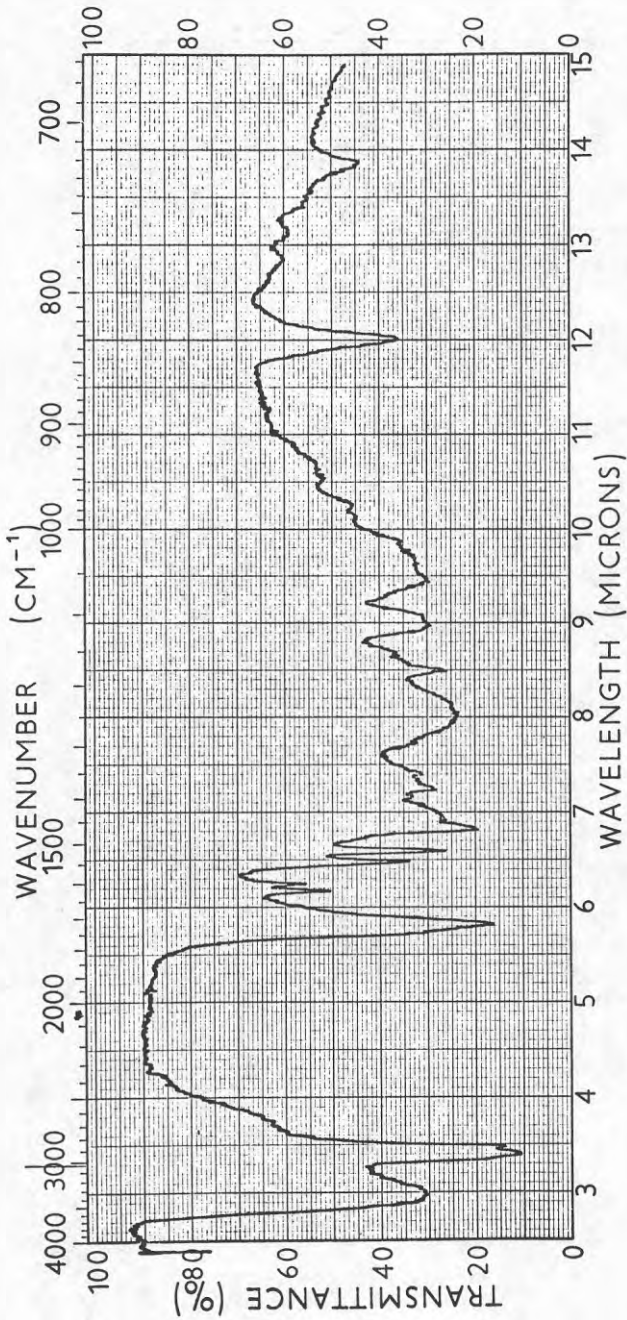
Grund- ämne	Mängd, skaldelar				
	AD 1	AD 2	AD 3	AD 4	AD 5
Ba	8	9	0	0	0
Cd	38	42	0	0	0
Pb	529	549	440	460	387
Zn	0	0	2	2	2
Fe	6	14	7	4	-
Ti	7	8	25	29	15
Ca	61	52	55	60	41
K	7	5	4	4	4
S	16	12	13	14	11
Si	3	2	2	2	2
Cl	4880	4780	4840	4760	4850



IR-spektrogram på eterextrakt

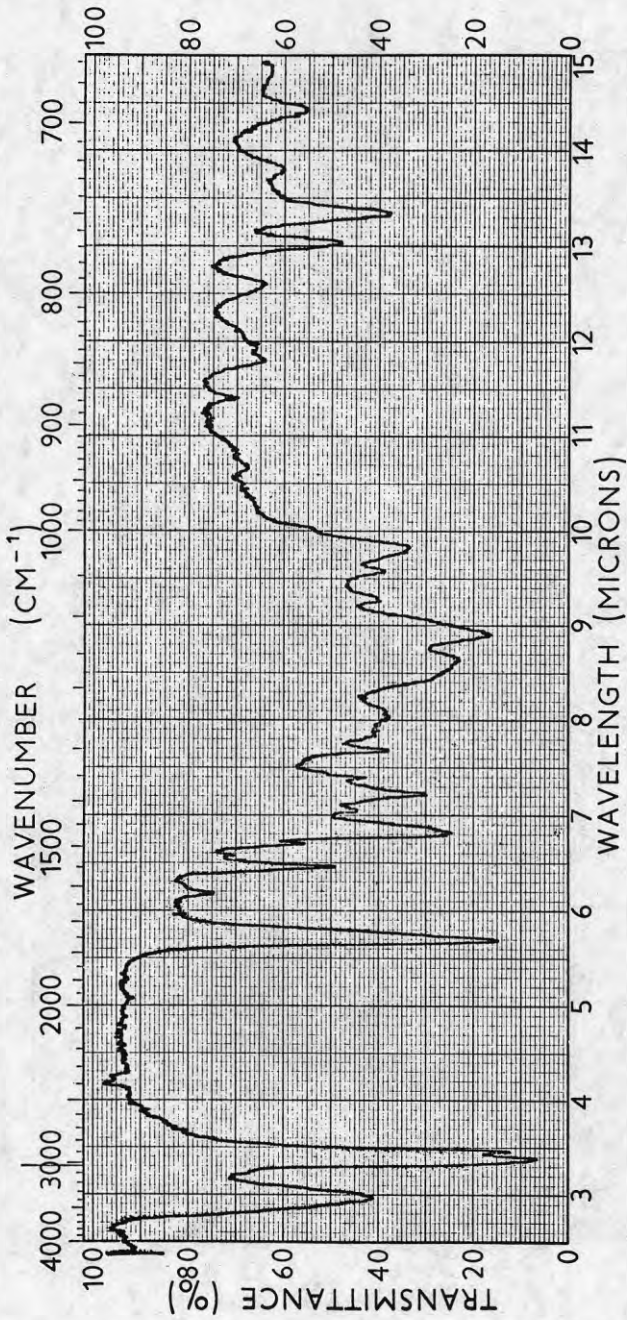
Provkropp AD 1





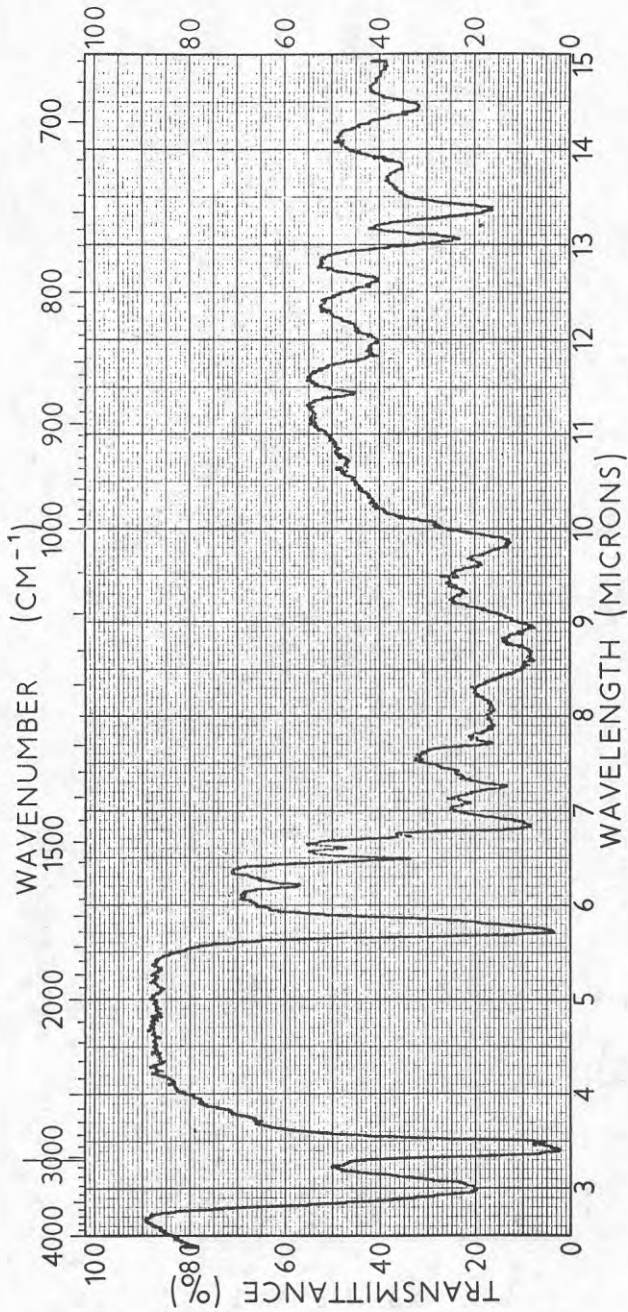
IR-spektrogram på eterextrakt

Provkropp AD 2



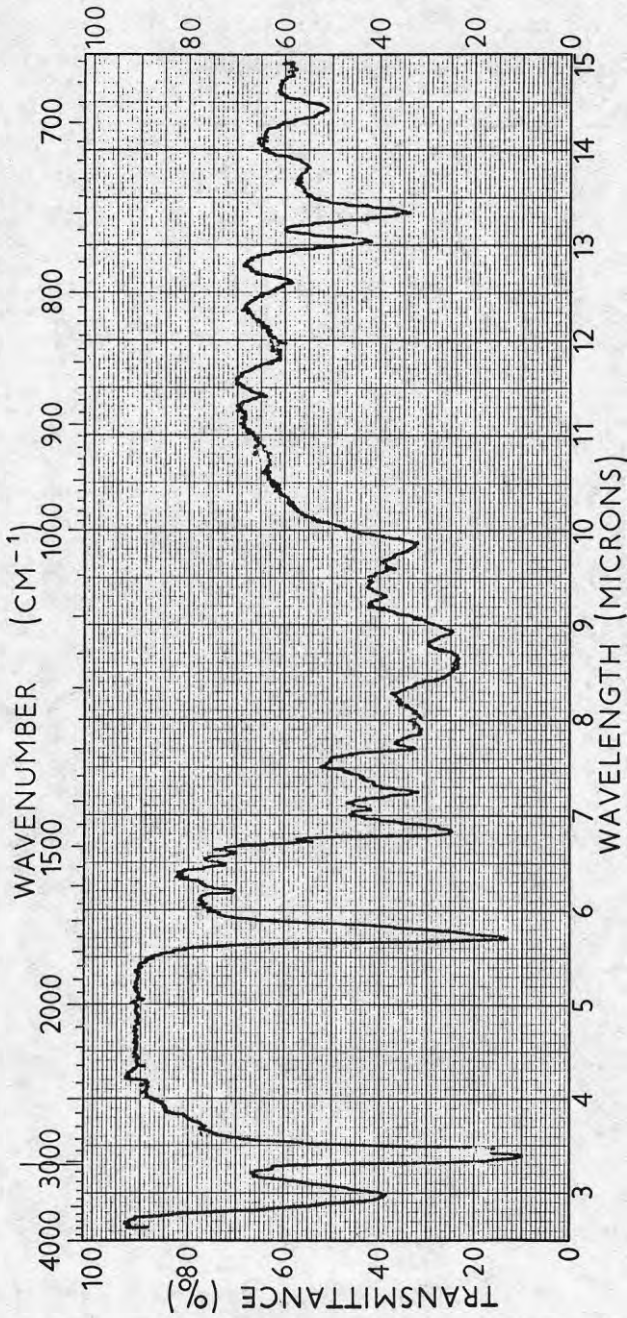
IR-spektrogram på eterextrakt

Provkropp AD 3



IR-spektrogram på eterextrakt

Provkropp AD 4



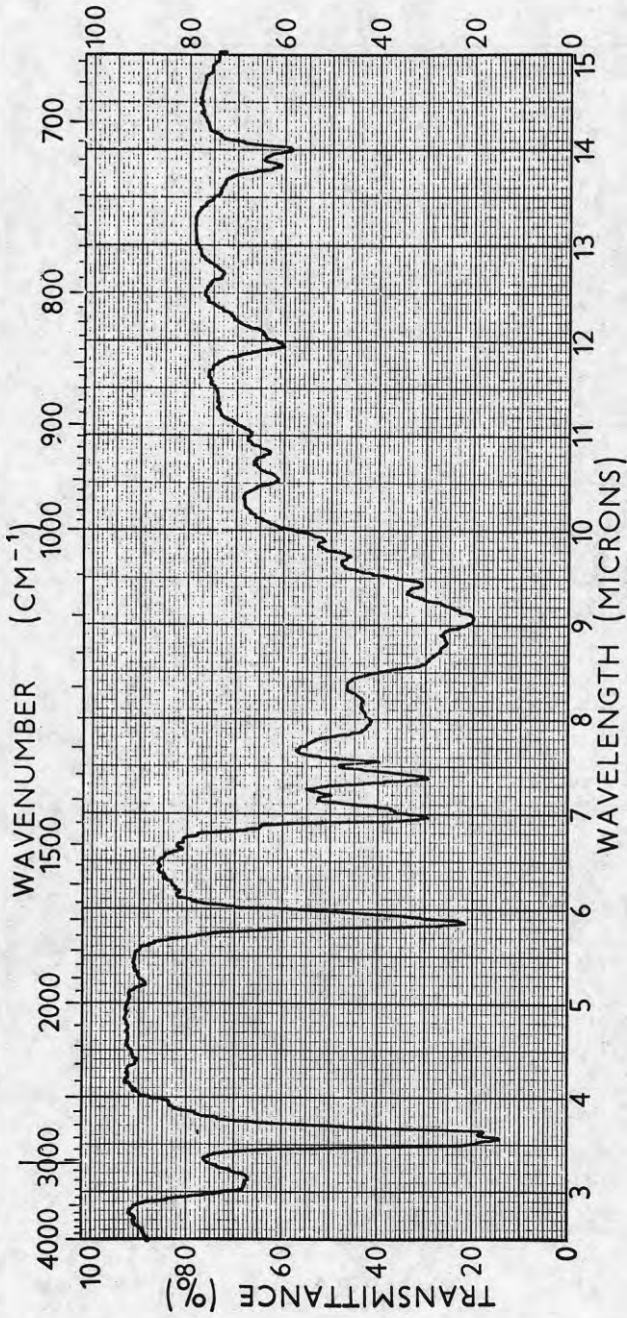
IR-spektrogram på eterextrakt

Provkropp AD 5

Mjukningspunkter, K-värden och extraktmängder

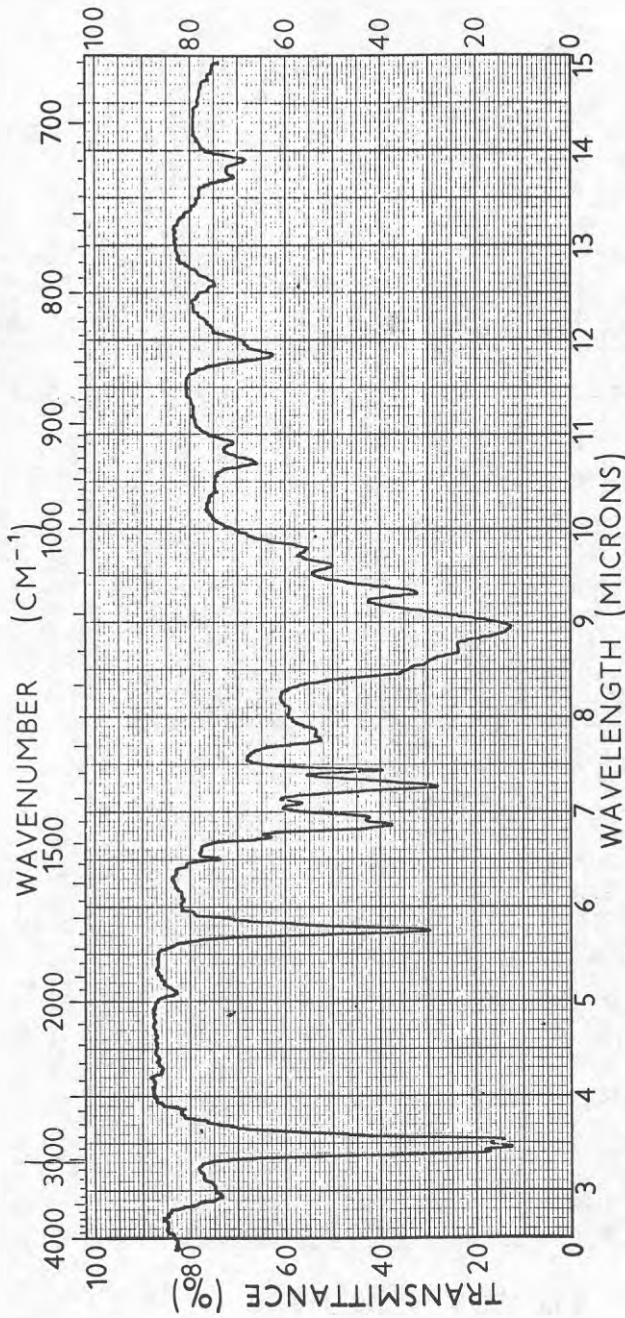
Rördel nr	Mjuknings- punkt °C	K-värde	Extrakt- mängd %
BD 1	79,4	65,2	1,21
BD 2	80,9	65,0	1,32
BR 3	82,4	64,9	0,87
BD 4	81,2	64,1	0,71
BR 5	80,4	63,0	1,72
BD 6	79,8	62,8	1,36
BR 7	80,4	62,7	1,06
BD 8	80,7	62,5	0,80
BD 9	82,7	62,9	0,55
BD 10	82,6	63,6	0,36





IR-spektrogram på eterextrakt

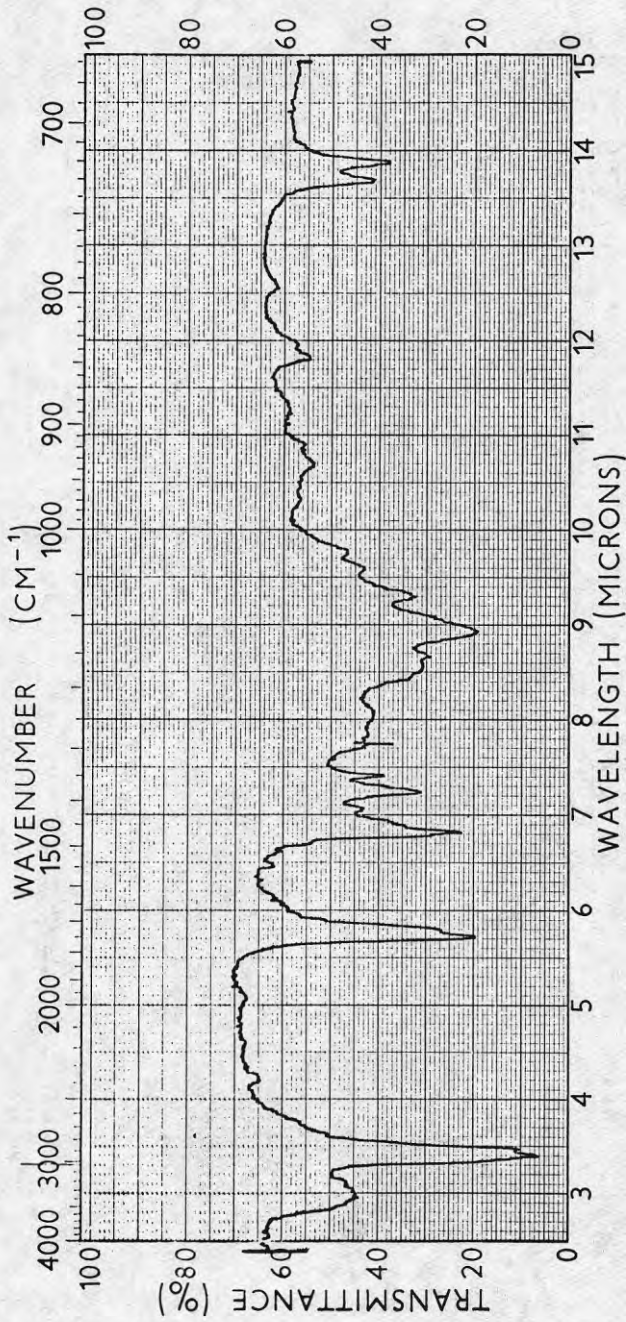
Provkropp BD 1



IR-spektrogram på eterextrakt

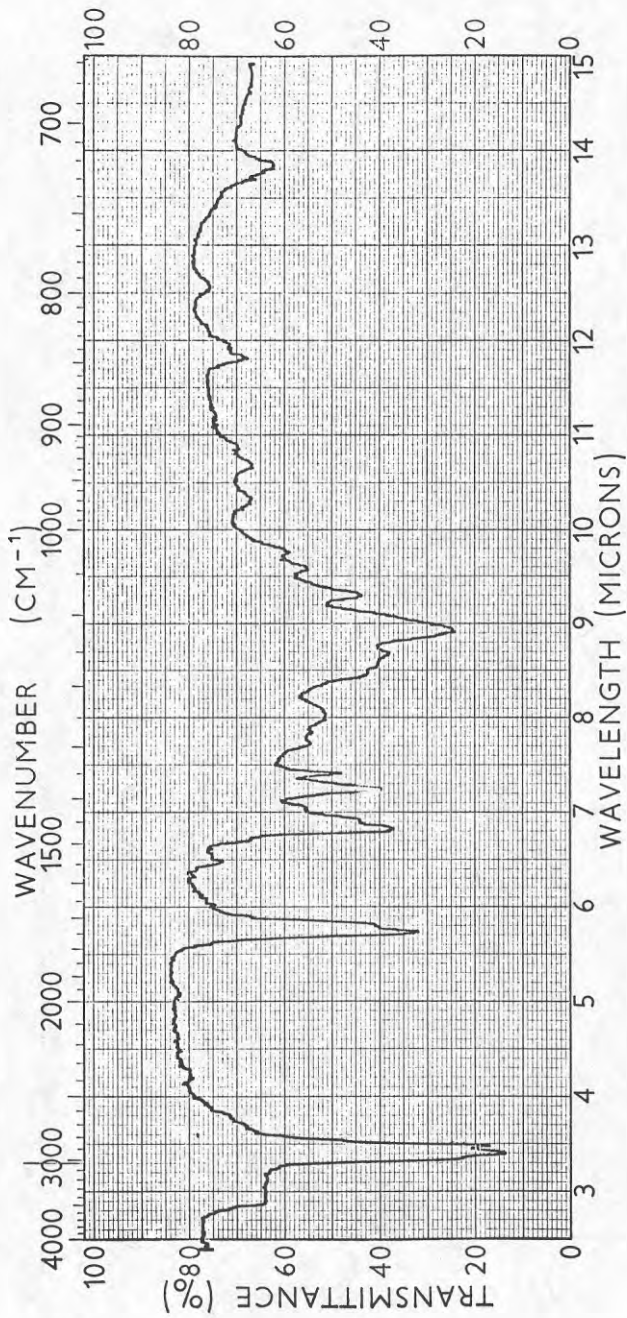
Provkropp BD 2





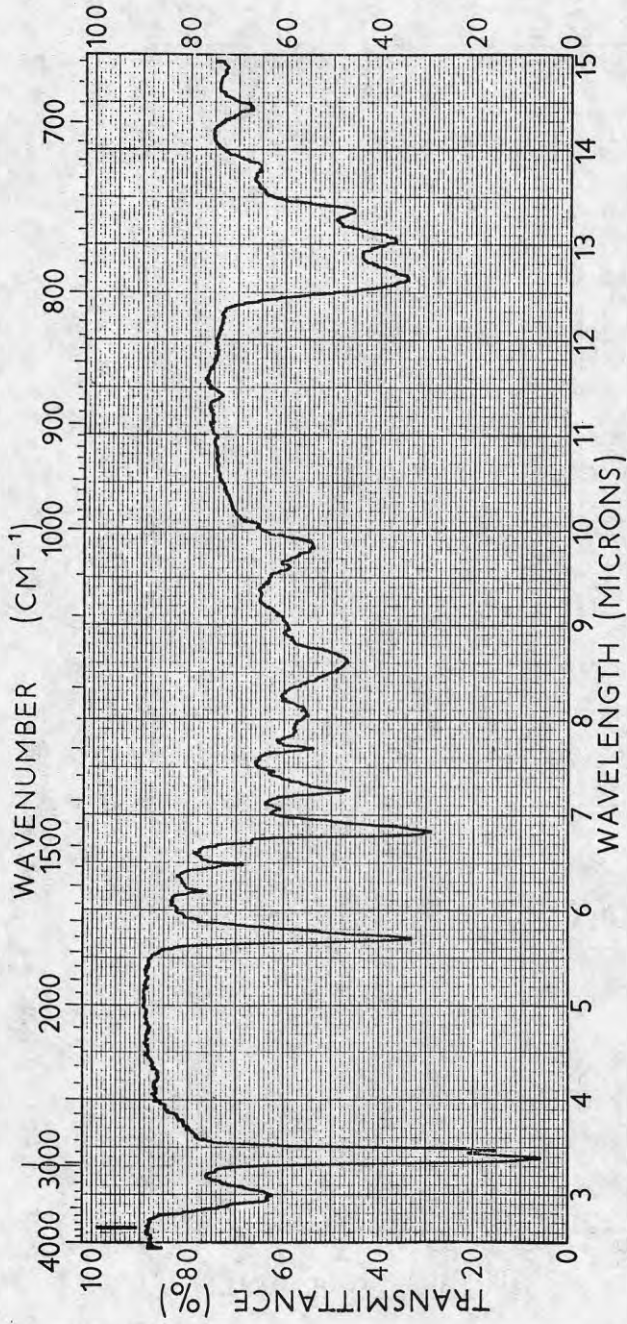
IR-spektrogram på eterextrakt

Provkropp BR 3



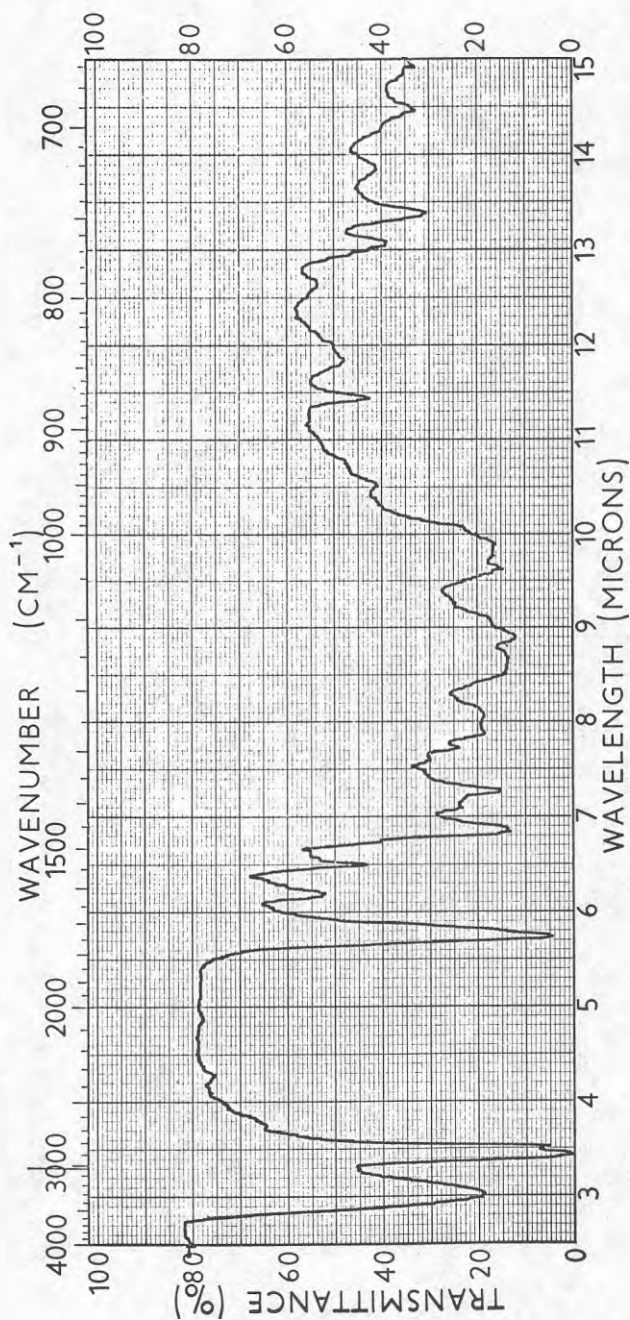
IR-spektrogram på eterextrakt

Provkropp BD 4



IR-spektrogram på eterextrakt

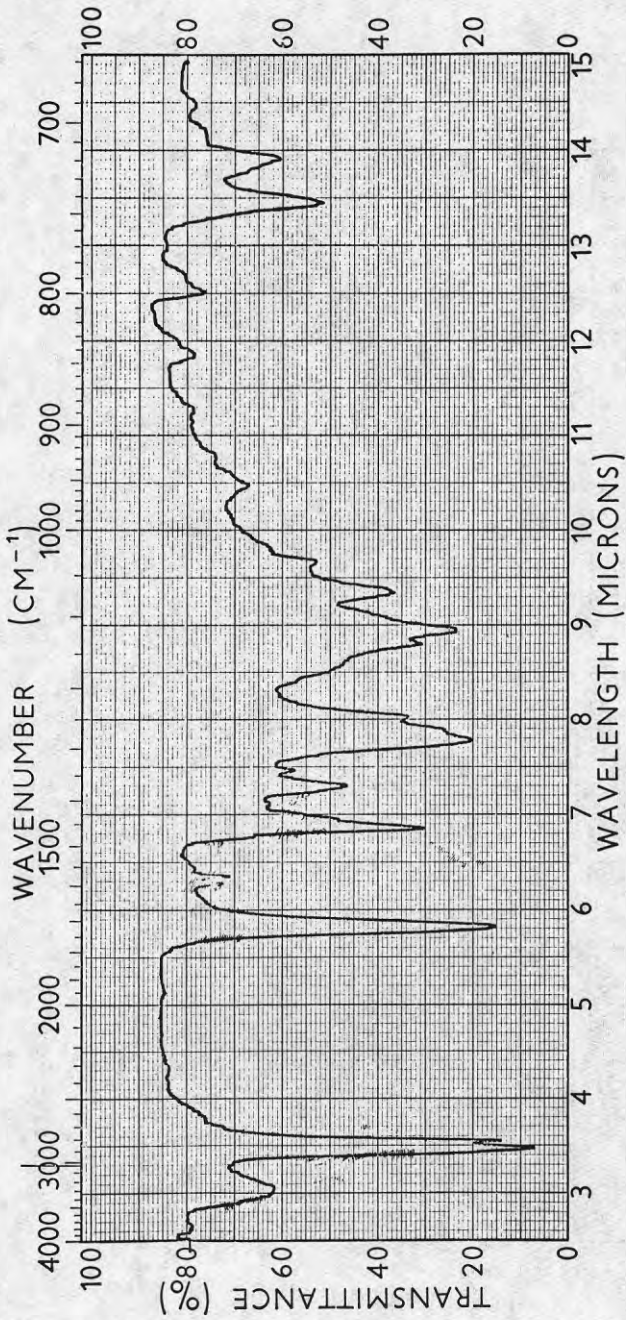
Provkropp BR 5



IR-spektrogram på eterextrakt

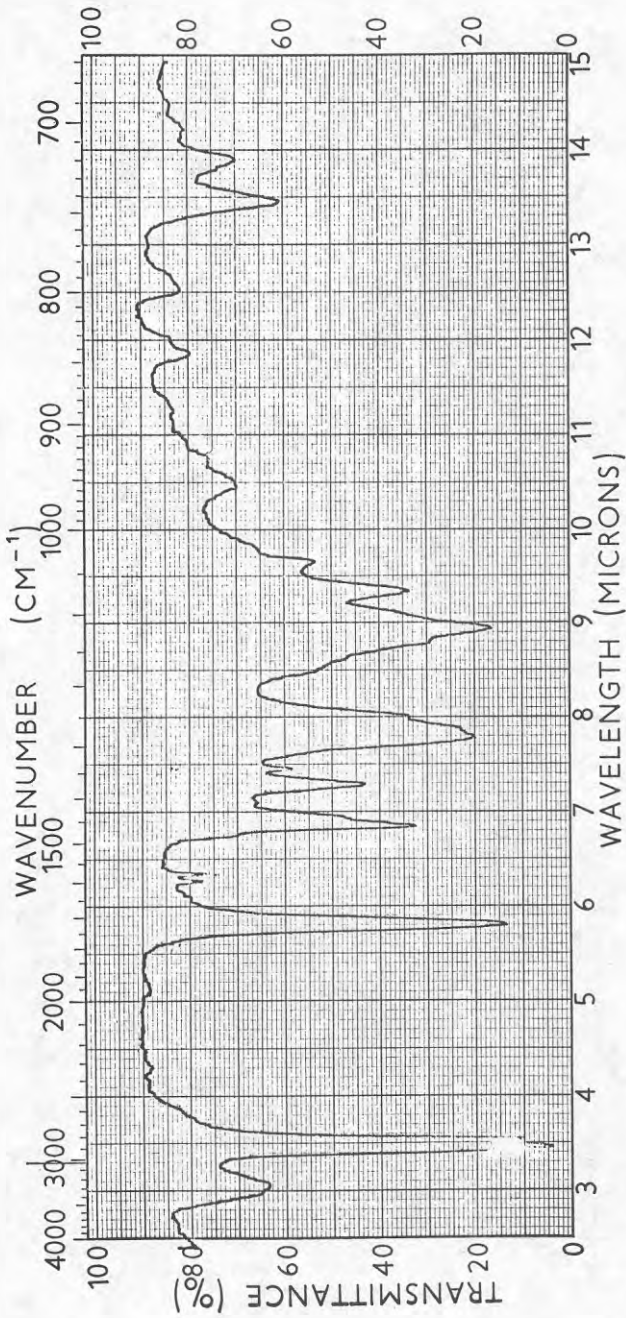
Provkropp BD 6





IR-spektrogram på eterextrakt

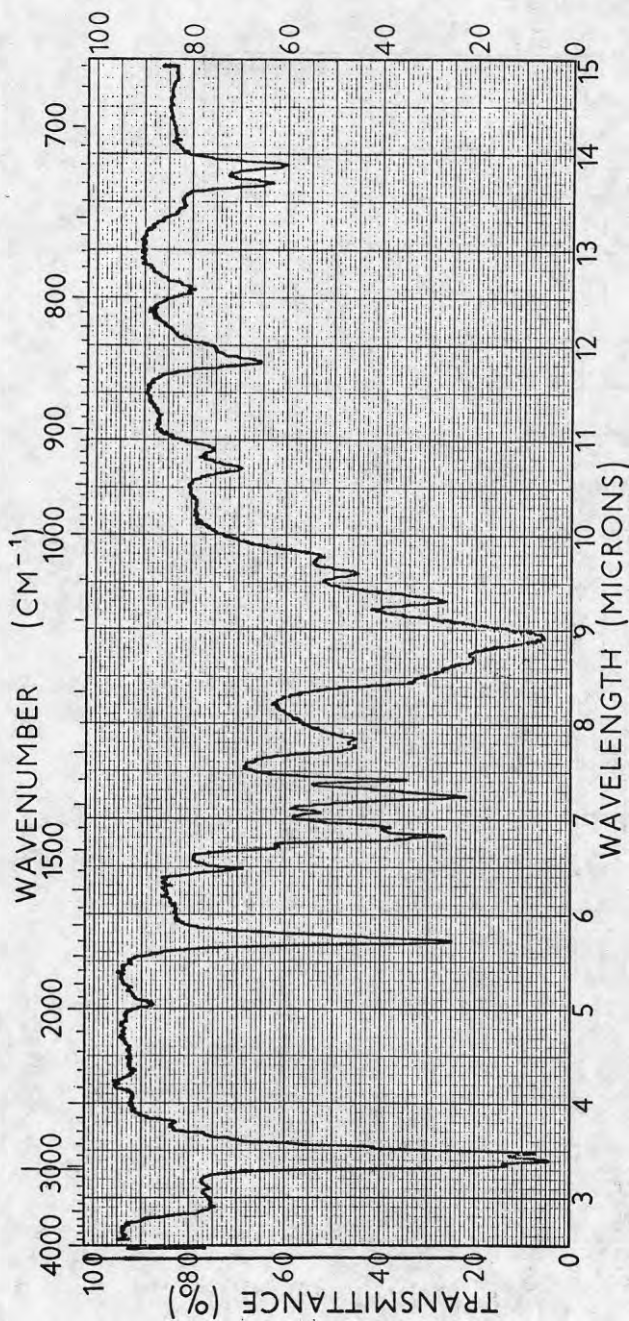
Provkropp BR 7



IR-spektrogram på eterextrakt

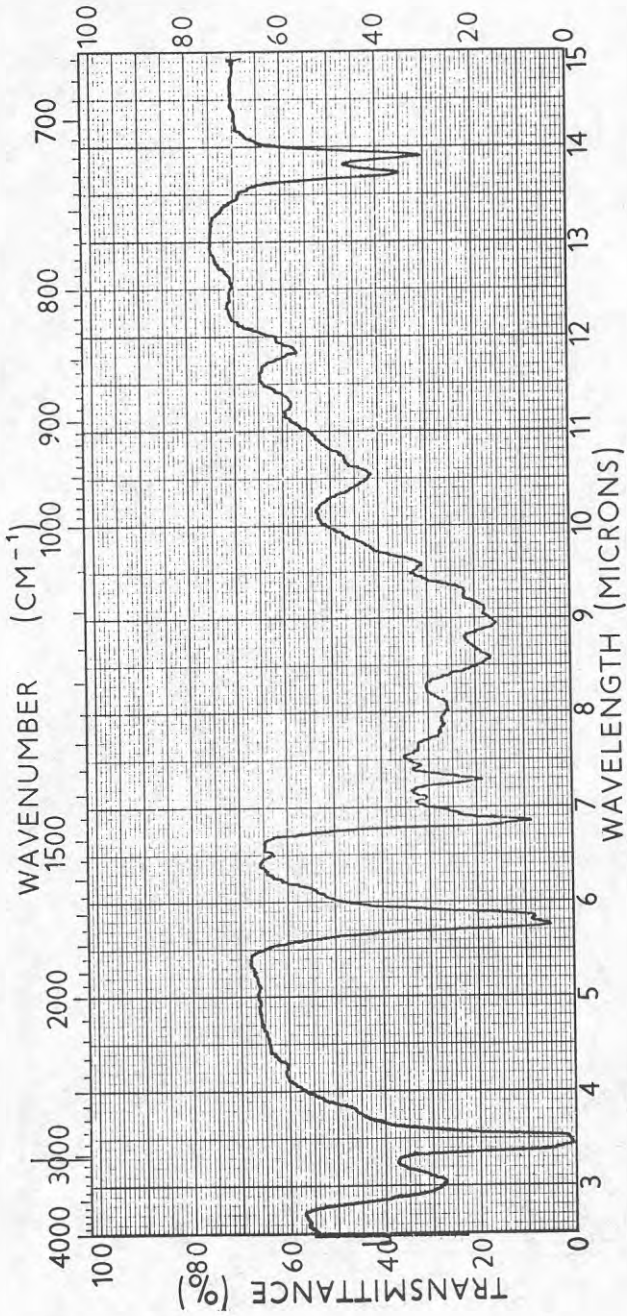
Provkropp BD 8





IR-spektrogram på eterextrakt

Provkropp BD 9



IR-spektrum på eterextrakt

Provkropp BD 10

## REFERAT

Kvalitetskontrollen av markavloppsrör av PVC baseras på provning av rören vid förhöjd temperatur och med inre övertryck. Om rören uthärdar provningen och uppfyller normens krav antas livslängden vara större än 50 år. Rördelar kan inte provas på detta sätt. För typgodkännande av dessa formsprutar man på tillverkningsstället raka rörbitar av samma receptur som skall användas för sprutning av rördelarna. Om rörbitarna klarar provning enligt ovan anses materialet vara av sådan kvalité att rördelarna förväntas få avsedd långtidshållfasthet. För att var och när som helst kunna kontrollera att rördelarna tillverkas av den godkända recepturen fordras en karaktäristik av materialet så att en jämförelse mellan de i samband med typprovningen formsprutade raka rören och de senare tillverkade rördelarna kan göras. Undersökningen resulterade i en enkel och inte alltför kostnadskrävande analysmetod för möjliggörande av kontroll av PVC-rördelar i ovan nämnda avseende. I analysen ingår följande bestämningar:

Bestämning av K-värde

Bestämning av mjukningspunkt

Bestämning av extraktmängd och upptagande av IR-spektrogram efter eterextrahering.

















**Denna rapport hänför sig till forskningsanslag 740492-7 från  
Statens råd för byggnadsforskning till Statens  
provningsanstalt, avd i Göteborg**

**R41: 1977**

**ISBN 91-540-2708-X  
Statens råd för byggnadsforskning, Stockholm**

**Art.nr: 6600641  
Abonnemangsgrupp:  
Ingår ej i abonnemang**

**Distribution:  
Svensk Byggtjänst, Box 1403,  
111 84 Stockholm  
Telefon 08-24 28 60**