

Testing of plastics films; determination of the gas transmission rate

Zusammenhang mit einer in Vorbereitung befindlichen ISO-Empfehlung siehe Erläuterungen.

1. Zweck und Anwendung

Die Prüfung nach dieser Norm dient dazu, die Gasdurchlässigkeit (Permeation von permanenten Gasen, z. B. O₂, CO₂, N₂, und Mischungen von ihnen¹⁾) von Kunststoff-Folien und damit deren Eignung z. B. für die Verpackung empfindlicher Güter aus dem organischen und anorganischen Bereich zu beurteilen.

Die Gasdurchlässigkeit wird unter definierten Bedingungen durch Bestimmen des Volumens des durch die Probe hindurch gewanderten Gases gemessen. Das Prüfverfahren ist unter den Bedingungen nach Abschnitt 5 für die Bestimmung der Gasdurchlässigkeit im Bereich von etwa 3 bis $20\,000 \frac{\text{cm}^3}{\text{m}^2 \text{ d atm}}$ geeignet. Vergleichbare Ergebnisse können nur an Proben gleicher Dicke erhalten werden²⁾ (d: Formelzeichen für 24 Stunden, d. h. einen Tag).

2. Begriff

Die Gasdurchlässigkeit nach dieser Norm ist gekennzeichnet durch das auf 0 °C und 760 Torr umgerechnete Volumen eines Gases, das während eines Tages (= 24 Stunden) bei einer bestimmten Temperatur und einem bestimmten Druckgefälle durch 1 m² des zu prüfenden Erzeugnisses hindurchgeht.

3. Proben

Aus dem Erzeugnis werden, gleichmäßig über die Fläche verteilt, Proben entnommen. Diese sollen soweit möglich frei von Aufdrucken und dergleichen sein und dürfen keine fehlerhaften Stellen (z. B. Löcher) und keine sichtbaren Beschädigungen (z. B. geknitterte Stellen) aufweisen.

Für jede Durchlaßrichtung sind mindestens 3 Proben zu prüfen. Bei homogenen Proben genügt die Prüfung in einer Durchlaßrichtung.

Bei feuchte-empfindlichen Erzeugnissen ist eine Vorkonditionierung in der jeweils gewünschten relativen Feuchte bei 23 °C ± 2 grad vorzunehmen. Die Zeitdauer richtet sich nach dem zu prüfenden Erzeugnis.

4. Gerät

4.1. Gasdurchlässigkeits-Prüfgerät

Zur Prüfung können Prüfgeräte nach Abschnitt 4.1.1 oder 4.1.2 benutzt werden:

4.1.1. Prüfanordnung

mit meßbarem, veränderlichem Volumen und Druck

Sie besteht aus einem zweiteiligen Metallkopf, dessen oberer Teil vom Gas durchströmt wird, welches gleichzeitig durch die Folie in den unteren Teil hindurchgeht, und aus

einem Manometersystem (Beispiel siehe Anmerkungen Seite 2 und 3).

4.1.2. Prüfanordnung mit meßbarem, veränderlichem Volumen, aber konstantem Druck

Der Aufbau entspricht etwa dem nach Abschnitt 4.1.1. Nach der Evakuierung des unteren Teils wird eine kleine Menge Meßgas in diesen eingelassen, darauf ein Quecksilbertropfen in die Meßkapillare gebracht und durch Einlassen von weiterem Gas bis etwa zur Nullmarke der Kapillaren befördert. Das durch die Folie hindurchgehende Gas drückt das Quecksilber je nach der Durchlässigkeit der Probe nach unten. Ein großes Druckausgleichsgefäß sorgt dafür, daß der Gegendruck unterhalb des Quecksilberfadens konstant bleibt (siehe Anmerkungen Seite 3 und 4).

4.1.3. Es können auch andere Prüfgeräte benutzt werden, sofern sie den Anforderungen nach dieser Norm entsprechen und von 3 Messungen an einer Probe die Streuung der Ergebnisse ≤ 10 % ist.

4.2. Dickenmeßgerät nach DIN 53 370

4.3. Vakuumpumpe

4.4. Thermometer, das gestattet, die Temperatur am Gasdurchlässigkeits-Prüfgerät auf 0,5 grad zu messen.

4.5. Zeitmesser, der gestattet, die Versuchsdauer auf eine Sekunde zu messen.

5. Durchführung

Die Proben werden gegebenenfalls nach Abschnitt 3 vorbehandelt, anschließend wird die Dicke jeder Probe an 5 Stellen gemessen.

Die Prüfung wird in einer Prüfanordnung nach Abschnitt 4.1.1 oder 4.1.2 bei 23 °C ± 2 grad mit trockenen Gasen durchgeführt.

Bei Prüfung bei anderen Temperaturen oder mit feuchten Gasen, vorzugsweise 45 und 85 % rel. Feuchte, müssen diese Prüfbedingungen vereinbart und im Prüfbericht als von der Norm abweichende Bedingungen angegeben werden.

¹⁾ Die Prüfung nach dieser Norm ist nicht anwendbar für chemisch mit der Probe reagierende oder verflüssigte Gase.

²⁾ Die Gasdurchlässigkeit ist abhängig von der Dicke des Erzeugnisses. Für homogene Erzeugnisse ist eine Umrechnung der Werte der Gasdurchlässigkeit von einer Dicke auf eine andere im allgemeinen möglich.

Fortsetzung Seite 2 bis 4
Erläuterungen Seite 4

Fachnormenausschuß Kunststoffe (FNK) im Deutschen Normenausschuß (DNA)
Fachnormenausschuß Materialprüfung im DNA

6. Auswertung

Die Gasdurchlässigkeit q in $\frac{\text{cm}^3 (\text{NTP})}{\text{m}^2 \text{d atm}}$ wird nach folgenden Zahlenwertgleichungen berechnet (Bedeutung der Formelgrößen und Angabe der vorausgesetzten Einheiten siehe Anmerkungen auf Seite 3 und 4)³⁾:

6.1. Für Prüfanordnung nach Abschnitt 4.1.1:

$$q = \frac{T_0}{p_0 T} \cdot \frac{10^4}{A} \cdot \frac{1}{p_B - p_1} \cdot \frac{24}{\Delta t} (\Delta p V_2 + p_1 \Delta V)$$

6.2. Für Prüfanordnung nach Abschnitt 4.1.2:

$$q = \frac{T_0}{p_0 T} \cdot \frac{10^4}{A} \cdot \frac{p_u}{p_B - p_u} \cdot 24 Q \frac{\Delta X}{\Delta t}$$

Zu 4.1.1. Beschreibung der Prüfanordnung

Die Prüfanordnung besteht aus dem Metallkopf und dem Manometersystem (siehe Bild 1). Beide Teile werden vakuumfest verbunden⁵⁾.

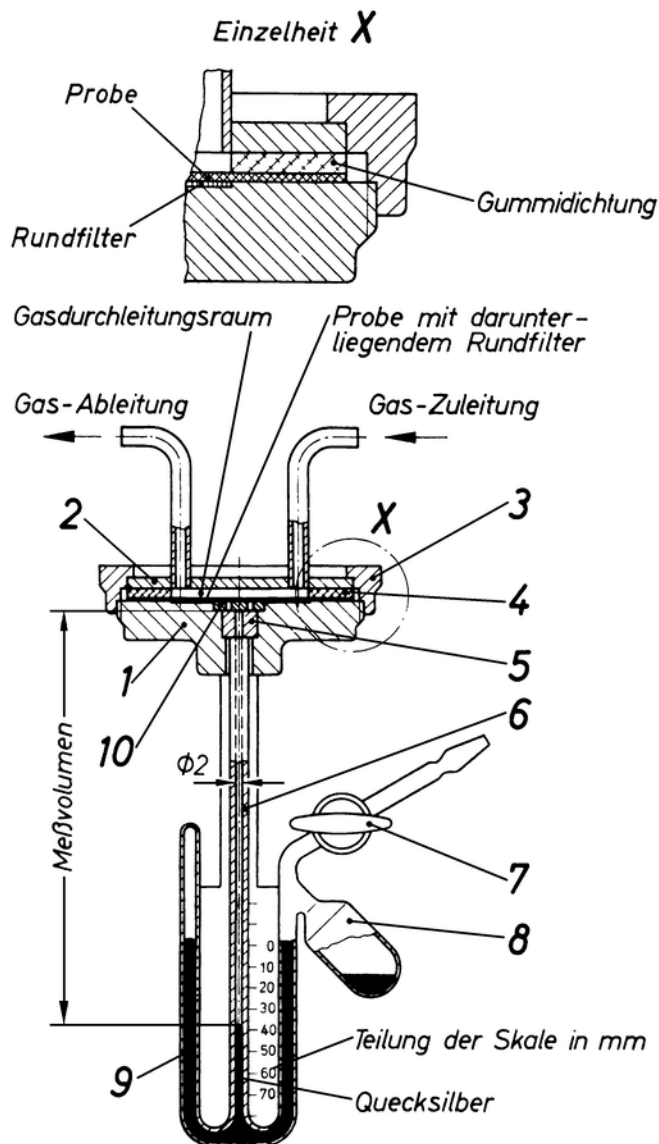


Bild 1. Prüfanordnung mit meßbarem, veränderlichem Volumen und Druck (Ausführungsbeispiel, dargestellt mit Quecksilber-Niveau während der Messung)

7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Bezeichnung des geprüften Erzeugnisses

Art des Gases

Vorbehandlung der Proben

Dicke der Proben auf 1 oder 2 %

Mittelwert

Gasdurchlässigkeits-Prüfgerät nach Abschnitt 4.1

Von dieser Norm abweichende Bedingungen

Gasdurchlässigkeit q in $\frac{\text{cm}^3 (\text{NTP})}{\text{m}^2 \text{d atm}}$ auf ganze Zahlen gerundet, höchstens 3 wertanzeigende Ziffern⁴⁾

Einzelwerte

Mittelwert

Prüfdatum

Anmerkungen

Der Metallkopf besteht aus folgenden Teilen:

- Untere Platte (1) mit Auflagefläche für die Probe. Diese ist plangeschliffen und poliert und enthält in der Mitte eine Lochscheibe (10), die über dem Hohlraum liegt.
- Einsatzscheibe (2) für die Gasdurchleitung (Metall oder Kunststoff) mit Zu- und Ableitungsanschlüssen.
- Überwurfmutter (3) zum Andrücken der Scheibe.
- Gummi-Dichtring (4), der den Gasdurchleitungsraum gegen die Außenluft abschließt.
- Metalleinsatz (5) zur Verkleinerung des Meßvolumens in der unteren Platte. Dieser ist bei sehr kleinen Gasdurchlässigkeiten einzusetzen.

Das Manometersystem besteht aus folgenden Teilen:

- Meßkapillare (6), Durchmesser ≈ 2 mm, Länge der Skale ≈ 75 mm
- zwei U-Rohrschenkel (9), Durchmesser ≈ 6 mm
- Quecksilbervorratsgefäß (8)
- Vakuumhahn (7)

Arbeitsanleitung

Vor Beginn der Messung befindet sich das gesamte Quecksilber im Quecksilber-Vorratsgefäß.

Ein Rundfilter wird als Abstandshalter zwischen Probe und der polierten Auflagefläche für die Probe gelegt. Das Leervolumen des Filters (Fläche $\times$ Dicke des Filterpapiers abzüglich Volumen der reinen Papiermasse) muß bekannt sein, da es bei der Berechnung des Meßvolumens berücksichtigt wird.

Um das Rundfilter wird ein dünner Vakuumfett-Film aufgetragen und darauf die Probe gelegt. Hierbei ist darauf zu achten, daß kein Fett auf das Filterpapier gelangt.

Der Gummi-Dichtring und die Einsatzscheibe für die Gasdurchleitung werden aufgelegt und mit der Überwurfmutter auf die untere Platte gepreßt.

Die Gas-Zuleitung wird unter Zwischenschalten eines Reduzierventils und einer Trockensäule mit der Druckgasflasche verbunden. Die Gas-Ableitung endet in einer Glasspitze, die einige Millimeter in Wasser eintaucht. Über die Probe wird ständig ein Gasstrom geleitet. Der Gasdruck über der Probe ist dabei einige Millimeter WS größer als der Atmosphärendruck (3 mm WS $\approx 0,22$ Torr).

³⁾ Im technischen Sprachgebrauch ist NTP die Abkürzung für Temperatur und Druck unter Normalbedingungen, d. h. 0 °C und 760 Torr.

⁴⁾ Bei kleinen Gasdurchlässigkeiten auf zwei, bei mittleren und höheren auf drei wertanzeigende Ziffern.

⁵⁾ Geeignet sind reversible thermoplastische Kitten, z. B. Pizein.