

Prüfung von Kunststoffen

Bestimmung der thermischen Stabilität von Polymerisaten und Copolymerisaten des Vinylchlorids sowie ihrer Mischungen
Verfärbungs-Verfahren

DIN
53 381
Teil 2

Testing of plastics; determination of the thermal stability of polymers and copolymers of vinylchloride and their compounds; discoloration method

Zusammenhang mit der von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Empfehlung ISO/R 305-1963, siehe Erläuterungen.

1 Zweck und Anwendung

1.1 Die Prüfung dient der Beurteilung der thermischen Stabilität von Homopolymerisaten und Copolymerisaten des Vinylchlorids sowie von daraus hergestellten Formmassen und Plastisole bei Wärmeeinwirkung z. B. während der Verarbeitung.

Im Gegensatz zu den in DIN 53 381 Blatt 1 und Blatt 3 angegebenen Verfahren zur Bestimmung der thermischen Stabilität, kann man nach dem Verfärbungs-Verfahren das Polymerisat nicht als solches prüfen, sondern muß aus ihm vorher eine Formmasse und daraus wiederum eine Folie herstellen.

Anmerkung: Die thermische Zersetzung dieser Erzeugnisse ist eine sehr komplexe Reaktion, die wesentlich von Art und Menge der Stabilisatoren und anderer Zusatzstoffe und vom Gasmedium beeinflusst wird. Die Zersetzung, die mit der Verfärbung, dem Abspalten von Chlorwasserstoff und anderen erkennbaren Änderungen eintritt, kann zu einer teilweisen Verkohlung führen.

1.2 Zur Beurteilung der thermischen Stabilität nach dem in dieser Norm angegebenen Verfahren wird die Verfärbung an Probekörpern aus dem zu prüfenden Erzeugnis, die in festgelegten Zeitabständen der Wärmeeinwirkung entzogen werden, visuell bestimmt. Quantitative Aussagen können durch Vergleich mit einer vereinbarten Vergleichsskala oder mit Hilfe eines photometrischen Verfahrens (siehe DIN 53 236 z. Z. noch Entwurf) gemacht werden.

Anmerkung: Die Verfärbung ist in der Regel das erste Anzeichen der Zersetzung. Da nach Dunkelfärbung hin bewertet wird, können im allgemeinen nach den in dieser Norm angegebenen Verfahren dunkel gefärbte Erzeugnisse nicht geprüft werden.

1.3 Die Prüfung wird an Folien aus den genannten Erzeugnissen nach Verfahren I oder II (siehe Abschnitt 4.3) durchgeführt.

In beiden Fällen wird bei bestimmten Temperaturen (siehe Abschnitt 4.1) geprüft. Die Prüfergebnisse können nur als Vergleichswerte unter den festgelegten Prüfbedingungen gelten. Wenn man Aussagen für einen praktischen Anwendungsfall erzielen will, ist gegebenenfalls die Prüftemperatur entsprechend zu wählen. Durch Prüfungen bei verschiedenen Temperaturen und Beurteilung der dann auftretenden Verfärbungen kann die Wärmestabilität des geprüften Erzeugnisses beurteilt werden.

Anmerkung: Es wird empfohlen, die Verfahren I und II unter Berücksichtigung der Verarbeitungsbedingungen anzuwenden, und zwar:

Verfahren I bei Erzeugnissen die durch Spritzgießen und Extrudieren hergestellt werden, weil bei Anwendung dieser Methode der Luftzutritt weitgehend behindert wird.

Verfahren II bei Erzeugnissen, die durch Walzen und Kalandrieren hergestellt werden, weil bei Anwendung dieser Methode die Luft ungehindert Zutreten kann.

2 Entnahme, Form und Anzahl der Probekörper

2.1 Aus dem zu prüfenden Erzeugnis wird eine Durchschnittsprobe entnommen (siehe DIN 53 733, z. Z. noch Entwurf).

2.2 Für die Prüfung eines Polymerisates, für Vergleichsprüfungen von verschiedenen Polymerisaten oder Stabilisatoren bzw. anderen Zusatzstoffen in einer zu vereinbarenden Rezeptur wird die Durchschnittsprobe mit den anderen Bestandteilen der Rezeptur zu einer Formmasse gemischt.

Ist die Formmasse pulverförmig, so wird sie bei einer zu vereinbarenden Oberflächentemperatur des Mischwalzwerkes und Walzdauer zu einer Folie von $(1,0 \pm 0,1)$ mm Dicke ausgewalzt.

Ist die Formmasse flüssig (Plastisol), so wird sie in einer Form in einem Wärmeschrank mit zwangsläufiger Durchlüftung nach DIN 50 011 Blatt 1 bei einer zu vereinbarenden Temperatur und Dauer zu einer Folie gelatiniert.

2.3 Für die Prüfung von Formmassen werden aus der Durchschnittsprobe entsprechend Abschnitt 2.2 Folien von $(1,0 \pm 0,1)$ mm Dicke hergestellt.

2.4 Probekörper haben die Form runder Scheiben, die aus den nach den Abschnitten 2.2 und 2.3 hergestellten Folien ausgestanzt werden und deren Durchmesser etwa 1 mm kleiner als der Durchmesser der Aluminiumkörper ist (siehe Abschnitte 3.3 und 3.4).

2.5 Die Anzahl der Probekörper richtet sich nach der Dauer der Prüfung, siehe Abschnitt 4.2.

3 Prüfgeräte

3.1 Heizbad: Ölbad für die Prüftemperatur mit einer maximalen Temperaturabweichung von $\pm 0,5$ K, einer Rührereinrichtung und einer Einrichtung, mit der eine passende Anzahl von Reagenzgläsern (nach Abschnitt 3.2) 60 bis 70 mm tief in das Ölbad eingetaucht gehalten werden kann.

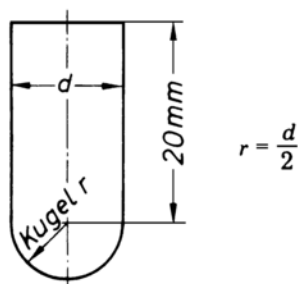
Andere Heizbäder als Ölbad sind zugelassen, wenn die mit ihnen erzielten Prüfergebnisse mit den im angegebenen Ölbad erzielten Prüfergebnissen übereinstimmen.

Fortsetzung Seite 2 und 3
Erläuterungen Seite 3

Fachnormenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im DIN

3.2 Reagenzgläser mit einem Außendurchmesser von 16 mm und einer Länge von 160 mm, z. B. Reagenzglas 16 nach DIN 12 395.

3.3 Aluminiumkörper A (siehe Bild), die mit wenig Spiel in die Reagenzgläser nach Abschnitt 3.2 passen.



3.4 Aluminiumkörper B: Vollzylinder von 30 mm Länge, die mit wenig Spiel in die Reagenzgläser nach Abschnitt 3.2 passen.

3.5 Stoppuhr

4 Durchführung

4.1 Das Heizbad wird auf Prüftemperatur gebracht. Die Prüftemperatur ist, soweit nicht bereits in den Technischen Lieferbedingungen des zu prüfenden Erzeugnisses festgelegt, zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben (siehe auch Abschnitt 1.3). Vorzugsweise ist bei einer Temperatur von $(175 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ zu prüfen.

4.2 Die Aluminiumkörper A werden, mit der ebenen Fläche nach oben, in die Reagenzgläser eingesetzt und diese etwa 60 bis 70 mm tief in das Heizbad gehängt. Die Anzahl der Reagenzgläser und damit auch die Anzahl der Probekörper ergibt sich aus der voraussichtlichen Zeitspanne der Prüfung in Minuten (siehe Abschnitt 4.5), geteilt durch 5, vermehrt um 1.

4.3 Verfahren I: 15 Minuten nach dem Einhängen der Reagenzgläser in das Heizbad wird je ein Probekörper zentrisch auf die ebene Fläche der Aluminiumkörper A in den Reagenzgläsern aufgesetzt. Anschließend wird der Aluminiumkörper B so auf den Probekörper gelegt, daß ein guter Wärmekontakt sichergestellt ist. Hierauf wird die Stoppuhr in Gang gesetzt.

Verfahren II: Wie Verfahren I, jedoch ohne Aufsetzen des Aluminiumkörpers B.

4.4 Verfahren I: Im Abstand von 5 Minuten wird je ein Reagenzglas aus dem Heizbad entnommen. Nach 5 Minuten Abkühlung bei Raumtemperatur nach DIN 50 014

(18 bis 28 °C) wird der Probekörper zusammen mit den Aluminiumkörpern A und B aus dem Reagenzglas entnommen. Es wird empfohlen, dabei die Aluminiumkörper mit einem Tuch zu umwickeln. Anschließend wird der Probekörper vorsichtig mit leichtem Zug von den Aluminiumkörpern gelöst und in geeigneter Weise nummeriert.

Anmerkung: Um die Anzahl der Probekörper bei der Prüfung von Erzeugnissen mit hoher thermischer Stabilität zu verringern, ist es zweckmäßig, im Abstand von 10 bis 15 Minuten anstatt von 5 Minuten einen Probekörper aus dem Heizbad zu entnehmen. In einem solchen Fall ist die Zeitspanne zwischen der Entnahme der Probekörper aus dem Heizbad zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben.

Verfahren II: Wie Verfahren I, jedoch ohne Verwendung des Aluminiumkörpers B.

4.5 Die Zeitspanne des Versuches ist so zu wählen, daß die letzten aus dem Heizbad zu entnehmenden Probekörper schwarz sind.

4.6 Auf weißem Karton werden ein nicht geprüfter Probekörper und daneben die geprüften Probekörper in der Reihenfolge der Entnahme aus dem Heizbad befestigt, hierbei muß jedoch sichergestellt sein, daß die Art der Befestigung den Probekörper nicht beeinflusst. Bei jedem Probekörper wird verzeichnet, wie lange (in Minuten) er der Prüftemperatur ausgesetzt war. Weiterhin ist anzugeben, ob nach Verfahren I oder II geprüft wurde. Diese Probekörper-Skale ist vor Lichteinwirkung zu schützen.

5 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Kennzeichnung des Erzeugnisses

Zusammensetzung der Mischung und die thermische Behandlung (Temperatur und Zeitspanne) bei der Herstellung der Probekörper

Herstelldatum der Probekörper

Prüftemperatur

Angabe des Verfahrens

Prüfergebnis: Probekörper-Skale nach Abschnitt 4.6

Zeitspanne von dem Beginn der Prüfung bis zur ersten Verfärbung der Probekörper

Zeitspanne von dem Beginn der Prüfung bis zur vollständigen Schwärzung der Probekörper

Gegebenenfalls Auswertung nach einer vereinbarten Vergleichsskala oder nach einem vereinbarten photometrischen Verfahren unter Angabe des Meßmittels

Von dieser Norm abweichende, vereinbarte Bedingungen
Prüfdatum.

Weitere Normen

DIN 53 381 Blatt 1 Prüfung von Kunststoffen; Bestimmung der thermischen Stabilität von Polymerisaten und Copolymerisaten des Vinylchlorids sowie ihrer Mischungen, Kongorotpapier-Verfahren

DIN 53 381 Blatt 3 Prüfung von Kunststoffen; Bestimmung der thermischen Stabilität von Polymerisaten und Copolymerisaten des Vinylchlorids sowie ihrer Mischungen, pH-Meßverfahren