

Prüfung von Kunststoffen
**Prüfung der Oxidationsstabilität
 durch Ofenalterung**
 Polypropylen

DIN
53 383
 Teil 1

Testing of plastics; testing of oxidation stability by means of ageing in an oven; polypropylene

1 Zweck und Anwendung

Die Prüfung der Oxidationsstabilität nach dieser Norm dient dazu, in einem Wärmeschrank unter zeitraffenden¹⁾, definierten und reproduzierbaren Bedingungen Aussagen über das Stabilitätsverhalten von Formmassen und Formteilen aus Polypropylen an der Luft zu erhalten.

2 Begriffe

2.1 Oxidationsstabilität

Die Oxidationsstabilität im Sinne dieser Norm ist die Widerstandsfähigkeit von Polypropylen gegen Luftsauerstoff bei erhöhter Temperatur ohne Einfluß von Bestrahlung (z. B. durch diffuses Licht).

2.2 Oxidationsstabilitätszeit

Die Oxidationsstabilitätszeit ist die Zeitspanne, nach der das Material unter den in dieser Norm angegebenen Prüfbedingungen keine lokale Versprödung zeigt.

2.3 Lokale Versprödung

Die lokale Versprödung ist das erste Auftreten eines Zerfalls des Polypropylens zu einer pulverigen Masse. Diese Erscheinung beginnt an einer lokal begrenzten Stelle und schreitet bei weiterer Beanspruchung fort. In vielen Fällen werden die zerfallenden Stellen durch eine charakteristische Verfärbung (gelb bis dunkelbraun) erkennbar.

Anmerkung: Eine Verfärbung der Probekörper allein, ohne den genannten Zerfall, ist hingegen kein Kriterium für die oxidative Zerstörung im Sinne dieser Norm.

3 Herstellung und Form der Probekörper

3.1 Formmasseprüfung

Aus der Formmasse werden ($1 \pm 0,1$) mm dicke, vorzugsweise 15 mm breite und 40 mm lange Probekörper nach den üblichen Formgebungsverfahren (Pressen, Spritzgießen, Extrudieren usw.) hergestellt. Die Probekörper können auch z. B. durch Stanzen aus 1 mm dicken Platten, Bändern usw. beliebiger Abmessungen herausgearbeitet werden.

Anmerkung: Durch andere Abmessungen in Länge und Breite der Probekörper wird das Ergebnis nicht in erkennbarem Maße beeinflusst.

3.2 Formteilprüfung

Für die Prüfung von Formteilen werden Probekörper mit Erzeugnisdicke verwendet, die in den übrigen Abmessungen den Bedingungen der Prüfeinrichtung anzupassen sind.

Anmerkung: Die Oxidationsstabilität im Sinne dieser Norm ist unterhalb einer Probekörperdicke von 1 mm stark dickenabhängig. Bei vergleichenden Prüfungen mit Probekörpern unterschiedlicher Dicke ist dies zu berücksichtigen.

4 Anzahl der Probekörper

Es sind mindestens 5, vorzugsweise 11 Probekörper zu prüfen.

5 Vorbehandlung der Probekörper

Eine besondere Vorbehandlung der Probekörper ist nicht erforderlich. Es ist jedoch darauf zu achten, daß die Probekörper bei ihrer Herstellung und Handhabung nicht verunreinigt werden.

Anmerkung: Bestimmte Schwermetalle – insbesondere Kupfer – und ihre Verbindungen beschleunigen den oxidativen Abbau des Polypropylens.

6 Geräte²⁾

6.1 Wärmeschrank

Es wird ein Wärmeschrank mit zwangsläufiger Durchlüftung, z. B. nach DIN 50 011 Blatt 1, verwendet. Die Luft wird durch einen außerhalb des Innenraumes befindlichen Ventilator bewegt. Der Innenraum und seine Wände dürfen nur durch die bewegte, außerhalb des Innenraumes erwärmte Luft beheizt werden. Den eigentlichen Nutzraum bildet ein zusätzlicher Kasten aus Aluminiumblech, der eine eigene Tür besitzt und so im Innenraum montiert ist, daß seine Wände zu allen Wänden des Innenraumes gleichen Abstand haben. Die Nutzraummaße sind 500 mm Breite, 500 mm Höhe und 430 mm Tiefe. Boden und Decke des Nutzraumes sind perforiert. Die bewegte Luft durchströmt den Nutzraum von oben nach unten. In den Nutzraum ragen zur Einstellung und Kontrolle der Prüftemperatur zwei Thermoelemente. Das eine hat einen Abstand von je 50 mm zur hinteren Wand und dem Boden, das andere einen Abstand von je 50 mm zur vorderen Wand (Tür) und der Decke des Nutzraumes. Die Meßfühler befinden sich in der Mitte der Nutzraumbreite.

Die räumlichen und zeitlichen Temperaturabweichungen bzw. -schwankungen sollen bei einer Prüftemperatur von 140 °C insgesamt den Wert von ± 1 K nicht überschreiten. Der Wärmeschrank muß einen Umluftbetrieb mit Frischluftzufuhr ermöglichen, wobei die Luft im Nutzraum zweimal je Minute erneuert wird. Die Frischluftmenge wird durch entsprechende Einrichtungen am Ansaugstutzen eindeutig festgelegt.

Anmerkung: Es empfiehlt sich, die Temperaturen im Nutzraum zu registrieren.

1) Siehe Erläuterungen

2) Über Bezugsquellen erteilt der Fachnormenausschuß Kunststoffe im DIN, 1 Berlin 30, Burggrafenstraße 4-7, Auskunft.

Fortsetzung Seite 2
 Erläuterungen Seite 2

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

6.2 Gestell für Probekörper

Für die Halterung der Probekörper wird ein Gestell verwendet, welches erlaubt, die Probekörper im Nutzraum vertikal so anzuordnen, daß sie sich nicht gegenseitig berühren und frei der temperierten Luft zugänglich sind.

Anmerkung: Es hat sich als unzweckmäßig erwiesen, durchbohrte oder gelochte Probekörper auf die Halterungsstangen (z. B. aus Glas) aufzuziehen, da die lokale Versprödung überwiegend zuerst an diesen Berührungsstellen eintritt. Die Befestigung der Probekörper an den Halterungsstangen mit sogenannten Hutklammern aus Weißblech hat sich bewährt.

7 Durchführung

Die Probekörper werden an dem Gestell nach Abschnitt 6.2 befestigt und in den Nutzraum des Wärmeschrankes gebracht, in dem eine Temperatur von $(140 \pm 1)^\circ\text{C}$ herrscht. Gemessen wird diese Temperatur durch die beiden Thermoelemente nach Abschnitt 6.1. Bei Temperaturdifferenz gilt der Mittelwert.

Wird bei einer anderen Prüftemperatur geprüft, ist dies besonders zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben.

Nach Ablauf festgelegter Zeitabstände, vorzugsweise einmal je Tag, wird das Gestell aus dem Nutzraum herausgenommen, und die Probekörper werden visuell abgemustert. Probekörper, die eine lokale Versprödung zeigen, werden entfernt. Die Prüfzeit bis zum Auftreten dieser Erscheinung wird festgehalten.

Die Zeiten, die für die Abmusterungen erforderlich sind, werden von der gesamten Prüfzeit abgezogen.

Die Prüfung wird solange durchgeführt, bis der letzte Probekörper eines zu prüfenden Produktes eine lokale Versprödung zeigt.

Anmerkung: Die Erfahrung hat gezeigt, daß bei Prüftemperaturen von 140°C oder weniger eine täglich einmalige

Abmusterung für eine Differenzierung verschieden stabiler Produkte ausreichend ist.

Zur Abmusterung der Probekörper muß das Probenhaltungsgestell aus dem Wärmeschrank herausgenommen werden. Dadurch ist ein Absinken der Temperatur im Prüfgerät unvermeidlich. Durch jeweils nur kurzzeitiges Öffnen des Wärmeschrankes beim Herausnehmen und Wiedereinsetzen des Gestells läßt sich das Absinken der Temperatur in Grenzen halten. Bei täglich nur einmaliger Abmusterung unter Abzug der für den Abmusterungsvorgang benötigten Zeit von der Prüfzeit bleibt der dadurch entstehende Fehler relativ gering.

8 Auswertung

Aus den Einzelwerten der Prüfzeiten wird der arithmetische Mittelwert berechnet und als Oxidationsstabilitätszeit in Stunden oder Tagen angegeben.

9 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Bezeichnung des geprüften Erzeugnisses mit Angaben, soweit möglich, über Herkunft und Vorgeschichte. Herstellung, Form und Anzahl der Probekörper.

Verwendetes Prüfgerät mit Angabe der Lüfterneuerung je Minute.

Prüftemperatur.

Oxidationsstabilitätszeit in Stunden oder Tagen

Einzelwerte

Mittelwert

mit Standardabweichung (siehe DIN 53598 Blatt 1).

Von dieser Norm abweichende, vereinbarte Prüfbedingungen (siehe Abschnitt 6.1, 6.2 und 7).

Prüfdatum.

Erläuterungen

Die vorliegende Norm wurde von dem Arbeitskreis „Oxidationsstabilität von Polyolefinen“ des FNK/FNM-Arbeitsausschusses 4.7 „Prüfverfahren zur Ermittlung des chemischen Verhaltens“ ausgearbeitet.

Die Oxidation des Polypropylens ist wie jede chemische Reaktion temperaturabhängig. Sie wird durch Temperaturerhöhung beschleunigt. Die Prüfung bei 140°C gibt streng genommen nur das Verhalten bei dieser Prüftemperatur wieder. Nach bisher vorliegenden Erfahrungen ist aber zumindest für den Bereich 120 bis 150°C eine dem Gesetz von Arrhenius entsprechende Temperaturabhängigkeit gegeben. Die Prüfung bei 140°C wird deshalb gegenüber der Oxidation bei Praxisbedingungen als zeitraffend angesehen. Rückschlüsse auf das Verhalten bei weit unterhalb dieses Bereiches liegenden Temperaturen (wie z. B. Raumtemperatur) können nur bedingt gezogen werden.

Im Technischen Komitee 61 „Plastics“ der ISO bestehen starke Tendenzen als Prüftemperatur 150°C vorzuschreiben, um die Prüfungsdauer weiter abzukürzen. Falls eine derartige ISO-Norm erscheint, soll die dann dort angegebene Prüftemperatur als weitere Möglichkeit in die vorliegende Norm aufgenommen werden.

Die starke Temperaturabhängigkeit der Zersetzungsgeschwindigkeit sowie Hinweise auf Einflüsse des Nutzraumvolumens und der Lüfterneuerung machen eine strenge Fassung der Anforderungen im Abschnitt „Geräte“ erforderlich.

Der oxidative Angriff bei höheren Prüftemperaturen macht sich durch Zerfall an eng begrenzten Stellen des Probekörpers bemerkbar. Diese Stellen können ganz allgemein als Schwachstellen des Substrates betrachtet werden. Diese Schwachstellen haben eine statistische Verteilung. Die lokale Versprödung tritt deshalb bei mehreren Probekörpern meistens zu unterschiedlichen Zeiten ein.