

Prüfung von Kunststoffen

Bestimmung von Temperatur-Zeit-Grenzen

DIN
53446

Testing plastics. Determination of temperature-time limits

1. Zweck und Anwendung

1.1. Die Prüfung dient dazu, die Temperatur-Zeit-Grenzen von Kunststoffen bei langdauernder Wärmeeinwirkung zu ermitteln. Die Temperatur-Zeit-Grenzen geben einen Aufschluß darüber, ab welchen Temperaturen und ab welchen Einwirkungszeiten die für die Anwendung maßgeblichen Werkstoffkennwerte sich derartig ändern, daß dadurch die vorgesehene Anwendung des Kunststoffes beeinträchtigt oder ganz in Frage gestellt wird.

1.2. Nach dieser Norm werden die Temperatur-Zeit-Grenzen ausschließlich aus dem Verhalten der Proben nach Lagerung in warmer Luft und anschließender Angleichung an die Raumtemperatur ermittelt. Unberücksichtigt bleiben alle anderen Einflüsse; gemeint sind damit besondere Umgebungsbedingungen, z. B. Industrieluft oder Nachbarschaft anderer Stoffe, mechanische Beanspruchungen, z. B. Rütteln, Druck-, Zug- oder Scherkräfte, und elektrische Beanspruchungen, z. B. Korona-Effekt oder Elektrolyse, u. a. m.

Das Verhalten der Kunststoffe unter betriebsbedingten Beanspruchungen, die außer Wärmeeinwirkungen bei konstanten Temperaturen noch andere Einwirkungen einschließen, muß durch besondere, dem Anwendungsfall angepaßte Prüfungen ermittelt werden.

1.3. Die Anwendung dieser Norm setzt voraus, daß festgelegt wird, gegebenenfalls in Typentabellen oder nach Vereinbarung:

- a) für welche Eigenschaften die Temperatur-Zeit-Grenzen ermittelt werden sollen, z. B.
Zugfestigkeit,
Dehnung beim Bruch,
Elastizitätsmodul,
Biegefestigkeit,
Schlagzähigkeit,
Kerbschlagzähigkeit,
Formbeständigkeit in der Wärme (nach Martens oder ISO/R 75),
Maß- und Gewichtsänderung,
Wasseraufnahme,
Elektrische Durchschlagfestigkeit,
Dielektrizitätskonstante,
Dielektrischer Verlustfaktor,
- b) für welche Zeitspanne eine Temperatur-Zeit-Grenze bestimmt werden soll,
- c) welche Werte der Eigenschaften nach der Wärmeeinwirkung nicht unter- oder gegebenenfalls überschritten sein sollen („Eigenschaftsgrenzwerte“).
Der Grenzwert ist gegeben durch den jeweiligen Anwendungszweck und kann von Fall zu Fall sehr verschieden sein.

2. Begriff

Die Temperatur-Zeit-Grenze ist nach dieser Norm durch diejenige höchste Temperatur bei langdauernder Wärmeeinwirkung bestimmt, die der Kunststoff ohne zusätzliche, z. B. mechanische Beanspruchung eine bestimmte Zeit lang aushält, ohne daß die betrachtete Eigenschaft einen bestimmten Grenzwert unter- bzw. überschreitet¹⁾.

3. Kurzbeschreibung des Verfahrens

Für jede zu prüfende Eigenschaft werden die Proben im Wärmeschrank bei zunächst einer Warmlagerungstemperatur (siehe Abschnitt 7) verschieden lange gelagert. Vor und nach der Warmlagerung wird der Eigenschaftswert nach Angleichung an die Raumtemperatur gemessen. Die ermittelten Eigenschaftswerte werden in Abhängigkeit von der Warmlagerungszeit graphisch dargestellt. Aus dieser Kurve wird die bis zum Erreichen des angenommenen Eigenschaftsgrenzwertes erforderliche Warmlagerungszeit abgelesen.

Dieses Verfahren wird mit anderen Warmlagerungstemperaturen wiederholt. Die so ermittelten „Warmlagerungszeiten bis zum Erreichen des Eigenschaftsgrenzwertes“ werden in Abhängigkeit von den zugehörigen Warmlagerungstemperaturen aufgezeichnet. Der Schnittpunkt dieser Temperatur-Zeit-Kurve mit der nach Abschnitt 1.3 b) festgelegten Zeitspanne ergibt die Temperatur-Zeit-Grenze.

4. Entnahme, Herstellung und Form der Proben

Entnahme, Herstellung und Form der Proben richten sich nach den einschlägigen Normen für die Bestimmung der zu untersuchenden Eigenschaften.

5. Anzahl der Proben

Werden je n Messungen bei m Warmlagerungstemperaturen und z Warmlagerungszeiten durchgeführt, sind $n(m \cdot z + z + 1)$ Proben für jede zu prüfende Eigenschaft notwendig.

Mit Rücksicht auf die große Anzahl der insgesamt zu prüfenden Proben kann, gegebenenfalls in Abweichung von den einschlägigen Prüfnormen, $n = 5$ gewählt werden.

Beispiel: Bei $n = 5$ Messungen, $m = 3$ Warmlagerungstemperaturen und $z = 5$ Warmlagerungszeiten werden $5(3 \cdot 5 + 5 + 1) = 105$ Proben für jede zu prüfende Eigenschaft benötigt.

¹⁾ Ein spezieller Fall der Temperatur-Zeit-Grenze nach dieser Norm ist die „Grenztemperatur“ nach VDE 0304 Teil 2/7.59 für feste elektrische Isolierstoffe.

Fortsetzung Seite 2 und 3

6. Prüfgerät

6.1. Klimaraum²⁾ für Normalklima 20/65 DIN 50 014³⁾.

6.2. Wärmeschränke mit einer zulässigen Temperaturabweichung von ± 2 grad (für grundlegende Untersuchungen nur ± 1 grad), wie nachfolgend aufgeführt.

Anmerkung: Für die Temperaturüberwachung sind registrierende Geräte zu empfehlen.

6.2.1. Wärmeschrank mit natürlicher Durchlüftung und einem Temperaturbereich, der für die nach Abschnitt 7.1 auszuwählenden Warmlagerungstemperaturen ausreicht, siehe DIN 50 011 Blatt 1.

6.2.2. Wärmeschrank mit zwangsläufiger Durchlüftung und Umluftbetrieb, siehe DIN 50 011 Blatt 1. (Dieser ist notwendig bei großflächigen Proben mit großem Sauerstoffverbrauch oder großer Abgabe von Abbauprodukten.)

6.2.3. Wärmeschrank mit natürlicher Durchlüftung und dickwandigen Aluminiumwaben, die die Gleichmäßigkeit der Temperatur im Schrank sichern. (Er ist von Vorteil bei kleinen Proben, z. B. Lackdrahtproben.)

6.2.4. Aluminiumblock mit großflächiger Bodenheizung und Bohrungen zum Aufnehmen der Proben. (Dieser ist auch geeignet für Prüfungen in zugeschmolzenen Glasrohren unter Sonderatmosphären.)

6.3. Prüfgeräte zur Ermittlung der Eigenschaften nach Abschnitt 1.3 a) entsprechend den einschlägigen Normen.

7. Prüfbedingungen

7.1. Die Warmlagerungstemperaturen ϑ werden so gewählt, daß die Temperatur-Zeit-Kurve bis zu der nach Abschnitt 1.3 b) festgelegten Zeitspanne extrapoliert werden kann. Die Prüfung wird bei mindestens drei Warmlagerungstemperaturen durchgeführt.

Die Warmlagerungstemperaturen sollen möglichst aus folgender Tabelle⁴⁾ gewählt werden, in der ϑ_G die erwartete, zur Temperatur-Zeit-Grenze gehörige Temperatur ist.

ϑ_G °C	40	55	70	90	105	120	140	160	180	200	225	250
ϑ °C	55	70	90	105	120	140	160	180	200	225	250	275
	70	90	105	120	140	160	180	200	225	250	275	300
	90	105	120	140	160	180	200	225	250	275	300	325
	—	—	—	160	180	200	225	250	275	300	325	350

Wird eine Stufung von 10 grad zu 10 grad gewählt, sollen mindestens fünf Warmlagerungstemperaturen angewendet werden, um einen hinreichenden Temperaturbereich zu erfassen.

7.2. Die jeweiligen Warmlagerungszeiten sollen 1, 2 und 4 Tage, 1, 2, 4, 8, 16 und 32 Wochen, gegebenenfalls auch länger, betragen.

²⁾ Begriff siehe DIN 50 010.

³⁾ Erzeugung von 65 % relativer Luftfeuchte:
Exsikkator mit einem flachen Gefäß, das gesättigte Natriumnitrit-Lösung mit Natriumnitrit in reichlichem Überschuß gegenüber der Lösung als Bodenkörper enthält. (Die relative Luftfeuchte von 65 % stellt sich bei einer Temperatur von 15 bis 25 °C selbsttätig ein.)

⁴⁾ In Übereinstimmung mit den Angaben in VDE 0304 Teil 2/7.59.

8. Durchführung

8.1. Sämtliche Proben (vgl. Abschnitt 5) werden zunächst im Klimaraum nach Abschnitt 6.1 frei aufgehängt und, falls in der einschlägigen Prüfnorm nichts anderes vorgeschrieben ist, 48 Stunden lang gelagert.

Falls die Gewichtsänderungen ermittelt werden sollen, werden die Proben nicht im Klimaraum, sondern über Phosphorpentoxid gelagert. Der Dickeneinfluß ist hierbei zu berücksichtigen, d. h. für Vergleichsversuche sind nur Proben gleicher Dicke zu verwenden.

8.2. An je n der nach Abschnitt 8.1 vorbehandelten Proben werden unmittelbar anschließend die zu bestimmenden Eigenschaften, vgl. Abschnitt 1.3 a), nach den einschlägigen Prüfnormen ermittelt.

8.3. Die restlichen Proben werden, anschließend an die Vorbehandlung nach Abschnitt 8.1, in Wärmeschränken nach Abschnitt 6.2 und bei Raumtemperatur gelagert, und zwar sind für jede Warmlagerungszeit n Proben (für jede zu bestimmende Eigenschaft) bei Raumtemperatur als Blindproben zu lagern; Warmlagerungstemperaturen siehe Abschnitt 7.1, Warmlagerungszeiten siehe Abschnitt 7.2.

Es dürfen nur solche Proben gleichzeitig in einem Wärmeschrank gelagert werden, die sich nicht gegenseitig beeinflussen.

8.4. Nach Abschluß jeder Warmlagerung nach Abschnitt 8.3 werden die jeweils zu prüfenden Proben (einschließlich der Blindproben) erneut wie in Abschnitt 8.1 angegeben gelagert⁵⁾ und danach wie in Abschnitt 8.2 angegeben geprüft.

Beispiel: Von den im Beispiel zu Abschnitt 5 genannten 105 Proben werden 5 Proben vor der Warmlagerung geprüft (Abschnitt 8.2), 25 Proben werden in einen Wärmeschrank mit der Warmlagerungstemperatur ϑ_1 eingesetzt (Abschnitt 8.3), 25 Proben in einen Wärmeschrank mit der Warmlagerungstemperatur ϑ_2 und weitere 25 Proben in einen Wärmeschrank mit der Warmlagerungstemperatur ϑ_3 . Die restlichen 25 Proben (Blindproben) werden bei Raumtemperatur gelagert.

Nach einer Woche z. B. werden aus jedem der drei Wärmeschränke 5 Proben entnommen. Die Proben werden zusammen mit 5 Blindproben nach Abschnitt 8.1 konditioniert und nach Abschnitt 8.2 geprüft.

Nach einer weiteren Woche, also nach insgesamt 2 Wochen, werden wiederum aus jedem Wärmeschrank 5 Proben entnommen, zusammen mit 5 Blindproben konditioniert und geprüft, usw. entsprechend den in Abschnitt 7.2 angegebenen Warmlagerungszeiten.

9. Auswertung

9.1. Eigenschaftskurven

Die entsprechend Abschnitt 8 gemessenen Eigenschaftswerte sind zweckmäßig nach statistischen Verfahren (siehe z. B. DIN 53 804) auszuwerten.

Entsprechend Bild 1 werden die so erhaltenen Eigenschaftswerte in einem Diagramm über der jeweils zugehörigen Warmlagerungszeit mit dem Parameter der Warmlagerungstemperatur aufgetragen. Für die Zeitachse empfiehlt es sich im Hinblick auf die weitere Auswertung, einen logarithmischen Maßstab zu benutzen. Läßt sich der Einfluß der niedrigsten Prüftemperatur auf Zeitmangel nicht bis zum Eigenschaftsgrenzwert verfolgen, so ist Extrapolation des gemessenen Kurventeiles in geringem Umfang gestattet, wenn die Tendenz des weiteren Kurvenverlaufes zu erkennen ist. Extrapolierte Werte sind in Klammern anzugeben.

⁵⁾ Gegebenenfalls sind über die Geschwindigkeit der Abkühlung besondere Vereinbarungen zu treffen.