

Bestimmung des Verhaltens gegen Flüssigkeiten

DIN
53 476

Testing of plastics; determination of the behaviour against liquids

Inhalt

	Seite		Seite
1 Zweck und Anwendungsbereich	1	9 Bestimmung der Eigenschaften der Probekörper . . .	4
2 Mitgeltende Normen	2	9.1 Prüfklima	4
3 Kurzbeschreibung des Verfahrens	2	9.2 Bestimmung der Eigenschaften vor der Lagerung (Eigenschaftswerte E_1)	4
4 Herstellung und Form der Probekörper	2	9.2.1 Bestimmung der Masse	4
4.1 Probekörper aus Formmasse	2	9.2.2 Bestimmung der Maße	4
4.2 Probekörper aus Form- und Fertigteile sowie aus Halbzeug	2	9.2.3 Bestimmung des Aussehens	4
5 Anzahl der Probekörper	3	9.2.4 Bestimmung sonstiger physikalischer Eigen- schaften	4
6 Konditionierung der Probekörper	3	9.3 Bestimmung der Eigenschaften nach der Lagerung (Eigenschaftswerte E_2)	4
7 Prüfgeräte und Prüfmittel	3	9.3.1 Bestimmung der Masse	4
7.1 Prüfgeräte	3	9.3.2 Bestimmung der Maße	4
7.2 Prüfmittel	3	9.3.3 Bestimmung des Aussehens	4
8 Durchführung	3	9.3.4 Bestimmung sonstiger physikalischer Eigen- schaften	4
8.1 Menge der Lagerungsflüssigkeit	3	9.4 Bestimmung der Eigenschaften nach der der Lage- rung sich anschließenden Trocknung und Rekondi- tionierung (Eigenschaftswerte E_3)	4
8.2 Lagerungstemperaturen	3	10 Auswertung	5
8.3 Lagerungsdauer	3	10.1 Absolute Werte	5
8.4 Eintauchen der Probekörper in die Lagerungs- flüssigkeit	3	10.2 Relative Änderungen (bezogen auf die Oberfläche der Probekörper)	5
8.5 Entnahme der Probekörper aus der Lagerungs- flüssigkeit	3	10.3 Prozentuale Änderungen	5
8.6 Nachtrocknen der Probekörper	4	10.4 Graphische Auswertung	5
8.7 Untersuchung der Lagerungsflüssigkeit nach Her- ausnahme der Probekörper	4	11 Prüfbericht	5

1 Zweck und Anwendungsbereich

Die Prüfungen nach dieser Norm dienen der Bestimmung des Verhaltens von Erzeugnissen (Probekörper, Form- und Fertigteile sowie Halbzeug) aus Kunststoffen (außer Schaumstoffen¹⁾) während der Einwirkung von Flüssigkeiten unter bestimmten Lagerungsbedingungen ohne zusätzliche äußere Beanspruchung. Nachstehend wird mit Probekörper das zur Bestimmung des Verhaltens verwendete Teil bezeichnet, unabhängig davon, ob es sich um eigens hergestellte Probekörper, ganze Formteile, Halbzeug oder Abschnitte davon handelt.

Anmerkung: Im allgemeinen Sprachgebrauch werden diese Prüfungen irrtümlicherweise als Bestimmung der „Chemischen Beständigkeit“ bezeichnet. Hierbei wird jedoch nicht berücksichtigt, daß die „Chemische Beständigkeit“ außerdem von der Gestalt des Erzeugnisses und den an das Erzeugnis gestellten Anforderungen abhängig ist (siehe auch DIN 53 756).

Die Bestimmung der Wasseraufnahme von Kunststoffen wird nicht nach dieser Norm, sondern nach DIN 53 471 (Lagerung in kochendem Wasser) und DIN 53 495 (Lagerung in kaltem Wasser) durchgeführt.

¹⁾ Begriff Schaumstoff siehe DIN 7726 Teil 1, Prüfung siehe DIN 53 428

Im Gegensatz zur Eigenschaftsprüfung der Probekörper direkt nach Lagerung in der Flüssigkeit läßt die Eigenschaftsprüfung nach anschließender Trocknung und Rekonditionierung dieser Probekörper erkennen, ob die Eigenschaftsänderungen reversibel oder irreversibel sind.

Die in dieser Norm angegebenen Lagerungsbedingungen sind empirisch festgelegt und sollen — einschließlich der im Anhang der Norm als Beispiele genannten Lagerungsflüssigkeiten — als Richtlinien für den Prüfer dienen, der das Verhalten von Kunststoffen gegen bestimmte Flüssigkeiten vergleichen und beurteilen will.

Um eine genaue Kenntnis über das Verhalten von Kunststoffen in einem speziellen Anwendungsfall zu erhalten, müssen Lagerungs- und Prüfbedingungen gewählt werden, die diesem Anwendungsfall angepaßt sind. Die Lagerungs- und Prüfbedingungen sind zwischen Lieferer und Abnehmer zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben.

Die Prüfungen nach dieser Norm befassen sich nicht mit der Einwirkung der Lagerungsflüssigkeiten auf nur eine Seite des Probekörpers, wie sie z. B. bei Hohlkörpern und Rohrleitungen von Bedeutung ist (siehe auch DIN 53 521).

In bestimmten Fällen ist das Verhalten des Probekörpers in der Gasphase über einer Flüssigkeit von Interesse. Um dies zu bestimmen genügt es, den Probekörper über der Flüssig-

Fortsetzung Seite 2 bis 8
Erläuterungen Seite 8

Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN

keit in einem verschlossenen und auf Lagerungstemperatur gehaltenen Behälter aufzuhängen.

Nur Ergebnisse, die an Probekörpern mit gleichen Abmessungen und Herstellbedingungen (gleicher Zustand) gefunden werden, können sinnvoll miteinander verglichen werden.

Die Prüfungen nach dieser Norm beziehen sich auf folgende Eigenschaftsänderungen:

- Änderungen der Masse oder der Maße sofort nach der Lagerung oder nach anschließender Trocknung sowie Rekonditionierung.
- Änderung des Aussehens sofort nach der Lagerung oder nach anschließender Trocknung sowie Rekonditionierung.
- Änderung sonstiger physikalischer Eigenschaften sofort nach der Lagerung oder nach anschließender Trocknung sowie Rekonditionierung.

2 Mitgeltende Normen

DIN 4768 Teil 1	Ermittlung der Rauheitsmeßgrößen R_a , R_z , R_{max} mit elektrischen Tastschnittgeräten; Grundlagen
DIN 5036 Teil 3	Bewertung und Messung der lichttechnischen Eigenschaften von Werkstoffen; Lichttechnische Stoffkennzahlen, Meßverfahren
DIN 50014	Klimate und ihre technische Anwendung; Normalklimate
DIN 51 507	Isolieröle; Transformatoren-, Wandler- und Schalteröle, Mindestanforderungen an Neuöle im Anlieferungszustand
DIN 51 601	Flüssige Kraftstoffe; Dieseldieselkraftstoff, Mindestanforderungen
DIN 51 603 Teil 1	Flüssige Brennstoffe; Heizöle, Heizöl EL, Mindestanforderungen
DIN 51 604 Teil 1	FAM-Prüfkraftstoff für Polymerwerkstoffe; Zusammensetzung und Anforderungen
DIN 53 236	Prüfung von Farbmitteln; Meß- und Auswertebedingungen zur Bestimmung von Farbunterschieden bei Anstrichen, ähnlichen Beschichtungen und Kunststoffen
DIN 53 521	Prüfung von Kautschuk und Gummi; Bestimmung des Verhaltens gegen Flüssigkeiten, Dämpfe und Gase (z. Z. noch Entwurf)
DIN 67 530	Reflektometer als Hilfsmittel zur Glanzbeurteilung an ebenen Anstrich- und Kunststoff-Oberflächen

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Nach der Konditionierung der Probekörper werden die Eigenschaftswerte E_1 (Ausgangswerte der zu ermittelnden Eigenschaften, wie z. B. Masse m_1 , Maße l_1 , h_1 , d_1 , Aussehen oder physikalische Eigenschaften) bestimmt.

Nach Lagerung in der gewählten Flüssigkeit unter den festgelegten oder vereinbarten Bedingungen (z. B. Lagerungsdauer, Temperatur) werden die Probekörper nach Abkühlung auf die Temperatur der Konditionierung von der anhaftenden Flüssigkeit befreit und die Eigenschaftswerte E_2 bestimmt.

Wenn die Probekörper nach der Lagerung außerdem getrocknet und rekonditioniert und dann erst die Eigenschaftswerte bestimmt werden, so sind diese Werte mit E_3 zu bezeichnen.

4 Herstellung und Form der Probekörper

Maße, Herstellung und Anzahl der Probekörper sind abhängig von den Festlegungen in den entsprechenden Formmasse-Normen oder der Art der Prüfung des Erzeugnisses. Wenn nichts anderes vereinbart oder in den entsprechenden Normen angegeben, sind die Probekörper frühestens 3 Tage nach der Herstellung des Erzeugnisses zu prüfen.

Einen großen Einfluß auf die Prüfergebnisse haben häufig die Herstellbedingungen und der Zustand (z. B. Orientierung und Eigenspannung) des Probekörpers. Sie sind deshalb so genau anzugeben, daß reproduzierbar geprüft werden kann.

Anmerkung: Die Ergebnisse, gemessen an verschiedenen Kunststoffen, können nur dann sinnvoll miteinander verglichen werden, wenn das gleiche Verfahren und Probekörper im bekannten Zustand und mit gleichen Maßen verwendet werden. Dies gilt insbesondere für Probekörper mit einem Verhältnis zwischen Oberfläche und Volumen von mehr als 8 cm^2 zu 1 cm^3 .

4.1 Probekörper aus Formmasse

Ist in der Formmasse-Norm nichts anderes angegeben, dann werden für die Prüfung auf Änderung der Maße aus der Formmasse Rundscheiben von (50 ± 1) mm Durchmesser und $(3 \pm 0,2)$ mm Dicke

oder

quadratische Platten von (50 ± 1) mm Seitenlänge und $(3 \pm 0,2)$ mm Dicke

auf eine beliebige, jedoch genau zu vereinbarende, Weise hergestellt.

Werden für Prüfungen Probekörper mit anderen Maßen benötigt, so sind sie nach den Angaben in den Normen über die Bestimmung der Eigenschaften von Formmassen herzustellen.

Werden in den Normen verschiedene Dicken für die Probekörper angegeben, so ist eine Dicke zwischen 3 und 4 mm auszuwählen.

Anmerkung: Für spezielle Fälle, z. B. für die Prüfung von Duroplasten, können quadratische Platten von $(50 \pm 0,5)$ mm Kantenlänge und $(4 \pm 0,2)$ mm Dicke, Kantenflächen bearbeitet, vereinbart werden.

4.2 Probekörper aus Form- und Fertigteile sowie aus Halbzeug

Geprüft werden Formteile im Ganzen oder repräsentative Abschnitte von ihnen. Die Entnahmestelle und -lage muß insbesondere bei Prüfung von richtungsabhängigen Eigenschaften genau angegeben werden.

Aus Tafeln oder Folien mit einer Dicke unter 3 mm werden quadratische Platten von (50 ± 1) mm Seitenlänge entnommen.

Aus Tafeln, die dicker als 3 mm sind, können durch spanende Bearbeitung einer Fläche auf eine Dicke von $(3 \pm 0,2)$ mm gebracht und anschließend daraus Probekörper nach Abschnitt 4.1 hergestellt werden. Im Prüfbericht ist die ursprüngliche Dicke der Tafeln anzugeben.

Aus Rohren mit Außendurchmesser über 50 mm werden quadratische Segmente von (50 ± 1) mm Seitenlänge mit zwei Seiten parallel zur Rohrachse entnommen.

Aus Halbzeugen werden Abschnitte von (50 ± 1) mm Länge entnommen und entweder diese als Probekörper verwendet oder ihre Maße so verringert, daß man Probekörper erhält, die in ihren Maßen weitestgehend dem Probekörper nach Abschnitt 4.1 entsprechen. In einem solchen Fall müssen die Maße und das Bearbeitungsverfahren vereinbart und im Prüfbericht angegeben werden.

Die Fertigungsrichtung (z. B. Extrusionsrichtung) ist auf dem Probekörper dauerhaft zu kennzeichnen.

Werden für Prüfungen Probekörper mit anderen Maßen benötigt, so sind sie nach den Angaben in den entsprechenden Normen herzustellen.

Die Schnittflächen der Probekörper müssen glatt sein und dürfen keine Risse haben. Beim mechanischen Bearbeiten dürfen sich die Probekörper nicht merklich erwärmen. Falls notwendig, müssen die Schnittflächen mit feinkörnigem Schleifpapier²⁾ geglättet werden.

5 Anzahl der Probekörper

Für jede Prüfung eines Eigenschaftswertes werden mindestens drei Probekörper (Serie) verwendet, sofern in den Prüfnormen keine größere Anzahl vorgeschrieben wird.

Für die zerstörende Prüfung der jeweiligen Eigenschaften des Kunststoffes sind nach Lagerung in der Flüssigkeit

2 Serien Probekörper (Eigenschaftswerte E_1 und E_2)

und

nach Lagerung in der Flüssigkeit und anschließender Trocknung sowie Rekonditionierung

3 Serien Probekörper (Eigenschaftswerte E_1 , E_2 und E_3) erforderlich.

Bei der Prüfung ohne Zerstörung oder Beeinflussung der Probekörper können die Eigenschaften E_1 , E_2 und E_3 an ein und derselben Serie von Probekörpern bestimmt werden.

6 Konditionierung der Probekörper

Die Probekörper werden vor der Prüfung etwa 48 Stunden im Normalklima DIN 50 014 – 23/50-2 gelagert.

Andere Konditionierungsbedingungen sind zu vereinbaren.

7 Prüfgeräte und Prüfmittel

Bei Verwendung der Geräte und der Flüssigkeiten müssen, sofern erforderlich, die entsprechenden Sicherheitsbestimmungen berücksichtigt werden.

7.1 Prüfgeräte

Gefäße mit Deckel (z. B. Uhrgläser) für die Lagerung der Probekörper in einer nichtflüchtigen Flüssigkeit.

Verschließbare Gefäße, z. B. Autoklaven, für die Lagerung der Probekörper in einer flüchtigen Flüssigkeit.

Bei der Wahl der Gefäße (Größe, Werkstoff, Verschluss) ist die Form und die Eigenschaften der Probekörper und die Eigenschaften der Lagerungsflüssigkeit zu berücksichtigen.

Klimaraum, Badthermostat oder Wärmeschrank, z. B. nach DIN 50 011 Teil 1, für die Aufnahme der Gefäße. Die Temperatur soll weder räumlich noch zeitlich mehr als ± 2 K vom Sollwert abweichen.

Waage mit einer Fehlergrenze von ± 1 mg für Probekörper mit einer Masse ≥ 1 g oder von $\pm 0,1$ mg für Probekörper mit einer Masse < 1 g.

Bügelmeßschraube mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,01$ mm.

Meßschieber mit einem Noniuswert von 0,1 mm.

Wärmeschrank oder Vakuum-Trockenschrank zum Trocknen der Probekörper nach der Lagerung in der Flüssigkeit.

Anmerkung: Fehlen in den entsprechenden Normen Angaben über die Trocknung der Probekörper, so wird empfohlen, sie in einem Vakuum-Trockenschrank bei einer Temperatur von $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ und einem Druck von 0,2 bar zu trocknen.

7.2 Prüfmittel

Lagerungsflüssigkeiten (Beispiele siehe Tabellen 1, 2 und 3)

Die Lagerungsflüssigkeit ist zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben.

Für Vergleichsprüfungen können Flüssigkeiten sowohl bekannter als auch nicht genau bekannter Zusammensetzung verwendet werden.

Bei Flüssigkeiten nicht genau bekannter Zusammensetzung (technische Flüssigkeiten) ist jedoch darauf zu achten, daß diese für alle Versuche aus einem Gebinde entnommen werden.

8 Durchführung

8.1 Menge der Lagerungsflüssigkeit

Enthält das Kunststoff-Erzeugnis keine extrahierbaren oder gegenüber der Lagerungsflüssigkeit unbeständigen Bestandteile, so soll das Volumen der Lagerungsflüssigkeit mindestens 4 cm^3 je cm^2 Oberfläche der Probekörper betragen. Anderenfalls jedoch muß das Volumen der Lagerungsflüssigkeit mindestens 8 cm^3 je cm^2 Oberfläche der Probekörper betragen, um zu vermeiden, daß eine merkliche Konzentrationserhöhung an extrahierbaren Bestandteilen während der Lagerungsdauer eintritt.

8.2 Lagerungstemperaturen

Die Lagerungstemperatur beträgt $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ und/oder $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Sollten die Probekörper bei anderen Temperaturen gelagert werden, so sind vorzugsweise folgende Temperaturen zu wählen:

0, 20, 27, 40, 55, 85, 100 oder 125°C , zulässige Abweichung: ± 2 K.

8.3 Lagerungsdauer

Für Lagerung der Probekörper in der Lagerungsflüssigkeit bei einer Temperatur von 23°C beträgt die Dauer 7 Tage.

Sollten andere Lagerungsdauern erforderlich sein, z. B. für Lagerungen bei erhöhter Temperatur oder dünner Probekörper, so sind diese zu vereinbaren und im Prüfbericht anzugeben.

Für Lagerungsversuche in Abhängigkeit von der Lagerungsdauer, z. B. für die Aufstellung eines Diagramms (siehe Abschnitt 10.4), sind Lagerungsdauern aus folgenden Reihen zu wählen:

18, 24, 96 Stunden

1, 2, 3, 4, 6, 16, 26, 52, 78 Wochen.

8.4 Eintauchen der Probekörper in die Lagerungsflüssigkeit

Jeder Probekörper wird einzeln in die in den Gefäßen (nach Abschnitt 7.1) befindliche Lagerungsflüssigkeit untergetaucht und in geeigneter Form befestigt. Hierbei ist besonders darauf zu achten, daß die Probekörper möglichst wenig miteinander noch mit der Gefäßwandung in Berührung kommen.

Die Gefäße werden anschließend verschlossen und auf Lagerungstemperatur gebracht.

Dauert die Lagerung länger als 7 Tage, so ist — sofern erforderlich — die Flüssigkeit jeweils nach 7 Tagen durch das gleiche Volumen der Originalflüssigkeit zu ersetzen, falls sich die Zusammensetzung der Flüssigkeit während der Lagerung nicht ändern soll.

Hat das Licht einen Einfluß auf die Einwirkung der Flüssigkeit, so wird empfohlen, entweder unter Lichtausschluß oder unter bekannten Beleuchtungsbedingungen zu lagern.

8.5 Entnahme der Probekörper aus der Lagerungsflüssigkeit

Am Ende der Lagerung wird, falls erforderlich, die Temperatur der Probekörper auf Konditionierungstemperatur gebracht. Zu diesem Zweck werden die Probekörper schnell in eine neue Menge der gleichen Flüssigkeit mit Konditionierungstemperatur gelegt und darin 30 bis 60 Minuten belassen.

²⁾ Z. B. Körnung 400 (entspricht einem Sieb mit 62 Maschen je cm^2 ($\approx$ Drahtsiebboden DIN 4186 – 0,075)).