

DIN 16728



ICS 23.040.20; 23.040.45

Einsprüche bis 2019-03-02

Entwurf

**Rohre und Formstücke aus ungefülltem, unverstärktem und vernetztem Polyethylen (PE-X) –
Bestimmung des Grades der Vernetzung durch rheologische Messung des Speichermoduls;
Text Deutsch und Englisch**

Pipes and fittings made of unfilled, non-reinforced and crosslinked polyethylene (PE-X) –
Determination of the degree of crosslinking through rheological measurement of the storage modulus;

Text in German and English

Tuyaux et raccords en polyéthylène non chargé et non renforcé et réticulé (PE-X) –
Estimation du degré de réticulation par la mesure rhéologique du module de stockage;
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-11-02 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an fnk@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 17 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Die deutsche Version der DIN 16728 ist verbindlich.

Zahlen: Ein Komma wird anstelle eines Punktes verwendet.

The German version of the DIN 16728 shall be taken as authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.

Numbers: A comma is used instead of a full stop.

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens	6
5 Prüfgerät	6
6 Probekörper	7
7 Prüfung	9
7.1 Prüftemperatur und Vorheizzeit	9
7.2 Nullpunkt für Spaltbestimmung	9
7.3 Probeneinbau und Vorkonditionierung	9
7.4 Messablauf	10
8 Auswertung	10
9 Prüfbericht	11

Contents

	Page
Foreword	3
1 Scope	4
2 Normative references	4
3 Terms and definitions	4
4 Brief description of the procedure	6
5 Test equipment	6
6 Test specimen	7
7 Testing	9
7.1 Test temperature and preheating time	9
7.2 Zeroing of the gap	9
7.3 Sample mounting and preconditioning	9
7.4 Measuring procedure	10
8 Data analysis	10
9 Test report	11

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 054-05-02 AA „Prüfverfahren für Rohre“ des DIN-Normenausschusses Kunststoffe (FNK) erstellt.

Foreword

This document was prepared by the working committee NA 054-05-02 AA „Test methods for plastic pipes“ of the DIN Standards Committee Plastics (FNK).

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Grades der Vernetzung in Rohren und Formstücken aus ungefülltem, unverstärktem und vernetztem Polyethylen (PE-X) durch rheologische Messung des Speichermoduls fest.

Die geltenden Mindestwerte für den Grad der Vernetzung sind den jeweiligen Produkt- oder Systemnormen zu entnehmen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 53019-4, Rheometrie — Messung von Fließeigenschaften mit Rotationsrheometern — Teil 4: Oszillationsrheologie

DIN EN ISO 10147, Rohre und Fittings aus vernetztem Polyethylen (PE-X) — Berechnung des Grades der Vernetzung durch Bestimmung des Gel-Gehaltes

DIN 7200, *Locheisen*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

1 Scope

This standard specifies the procedure of determining the degree of crosslinking in pipes and fittings made of unfilled, non-reinforced and crosslinked polyethylene (PE-X) through rheological measurement of the storage modulus.

The applicable minimum values for the degree of crosslinking are specified in the respective product or system standards.

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

DIN 53019-4, Rheometry — Measurement of rheological properties using rotational rheometers — Part 4: Oscillatory rheology

DIN EN ISO 10147, Pipes and fittings made of crosslinked polyethylene (PE-X) — Estimation of the degree of crosslinking by determination of the gel content

DIN 7200, Hollow punches

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

DIN and DKE maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- DIN-TERMinologieportal: available at <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: available at <http://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

G'

Speichermodul in Pa

3.2

$G'_{3,14}$

Speichermodul in Pa bei einer Kreisfrequenz $\omega = 3,14$ rad/s

3.3.

V

rechnerischer Wert des Vernetzungsgrades in % zum Vergleich mit dem Xylol-löslichen Anteil entsprechend DIN EN ISO 10147

3.4

a_0, a_1, a_2

Koeffizienten der Korrelationsgleichung zwischen Speichermodul und V

3.5

K

Speichermodul bei einer Kreisfrequenz ω von 1 rad/s (siehe Gleichung 2)

3.6

n

Exponent der Frequenzabhängigkeit des Speichermoduls (siehe Gleichung 2)

3.7

Rheometer

Messgerät zur Bestimmung des Verformungs- und Fließverhaltens eines Materials, wobei die Messung typischerweise in Scherbelastung erfolgt

3.8

Vernetzungsgrad

n_v

mittlere Anzahl der chemischen Vernetzungspunkte pro Volumeneinheit in $1/\text{m}^3$ (siehe Gleichung 1)

3.9

Frequenzsweep

Messung zur Bestimmung des Verformungs- und Fließverhaltens in oszillatorischer Belastung mit einem Rheometer bei verschiedenen Kreisfrequenzen ω

3.1

G'

Storage modulus in Pa

3.2

$G'_{3,14}$

Storage modulus in Pa at an angular frequency $\omega = 3,14$ rad/s

3.3.

V

calculated value of the degree of crosslinking in % to be compared with the xylene-soluble content according to DIN EN ISO 10147

3.4

a_0, a_1, a_2

Coefficients of the correlation equation between storage modulus and V

3.5

K

Storage modulus at an angular frequency ω of 1 rad/s (see equation 2)

3.6

n

Exponent of frequency dependence of storage modulus (see equation 2)

3.7

Rheometer

Measuring device to determine the deformation and flow behaviour of a material, whereby the measurement is typically performed under shearing load

3.8

Degree of crosslinking

n_v

Mean number of chemical crosslinking points per unit volume in $1/\text{m}^3$ (see equation 1)

3.9

Frequency sweep

Measurement to determine the deformation and flow behaviour under oscillatory shear with a rheometer at different angular frequencies ω

3.10 Deformationsamplitude

γ_0

Maximalamplitude der anregenden Scher-deformation in % bei oszillatorischer Belastung mit einem Rheometer

3.10 Deformation amplitude

γ_0

Maximum amplitude of the exciting shear deformation in % under oscillatory shear using a rheometer

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Mit Hilfe des Verfahrens wird der Grad der Vernetzung von PE-X bei einer Temperatur oberhalb des Schmelzpunkts von PE-HD (typischerweise 200 °C) bestimmt. Bei dieser Temperatur reagiert das Material wie ein vernetzter, amorpher Kautschuk. Der Schubmodul G eines solchen Materials bei der absoluten Temperatur T ist direkt proportional zur mittleren Anzahl der chemischen Vernetzungspunkte pro Volumeneinheit n_v . Es gilt Gleichung 1:

$$n_v = \frac{G}{k} \cdot T \quad (1)$$

wobei k die Boltzmann-Konstante darstellt. Daher stellt eine Messung des Moduls ein direktes Maß für den Grad der Vernetzung dar. Die rheologische Messung des Speichermoduls G' bestimmt für elastische Materialien geringer Dämpfung in sehr guter Näherung den Schubmodul.

ANMERKUNG Da verstärkende Füllstoffe den Modul erhöhen, kann das Prüfverfahren nur für ungefüllte Materialien angewendet werden. Bei Einfärbungen mit Pigmenten kann aufgrund der geringen Pigmentkonzentration der Einfluss des Pigments auf den Modul vernachlässigt werden.

5 Prüfgerät

Folgendes Prüfgerät ist erforderlich.

5.1 Rotationsrheometer entsprechend DIN 53019-4.

5.2 Platte-Platte-Geometrie, Plattendurchmesser 8 mm.

Bestehend aus unbeschichteten glatten Edelstahlplatten ohne Oberflächenstruktur/Oberflächenbehandlung.

4 Brief description of the procedure

This procedure is used to determine the degree of crosslinking of PE-X at a temperature above the melting point of PE-HD (typically 200 °C). At this temperature, the material behaves like a crosslinked, amorphous rubber. The shear modulus G of this kind of material at the absolute temperature T is directly proportional to the mean number of chemical crosslinking points per unit volume n_v .

Equation 1 applies:

$$n_v = \frac{G}{k} \cdot T \quad (1)$$

where k stands for the Boltzmann constant. Hence, the measurement of the modulus represents a direct measure of the degree of crosslinking. The rheological measurement of the storage modulus G' determines the shear modulus in a very good approximation for elastic materials of low damping.

Note: Since reinforcing fillers increase the modulus, the test procedure can be used for unfilled materials only. When using pigments for colouring, the concentration are typically that low, that the influence of the pigment on the modulus is negligible.

5 Test equipment

The following test equipment is required.

5.1 Rotational rheometer according to DIN 53019-4.

5.2 Plate-plate geometry, plate diameter 8 mm.

Consists of uncoated smooth stainless steel plates without surface structure/surface treatment.