

DIN EN 17308

ICS 13.030.50; 83.160.01

Entwurf

Einsprüche bis 2023-11-22

Vorgesehen als Ersatz für
DIN CEN/TS 17308
(DIN SPEC 3758):2019-06

**Aus Altreifen gewonnene Materialien –
Stahldrähte –
Bestimmung der nicht-metallischen Bestandteile;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17308:2023**

Materials produced from end of life tyres –
Steel wire –
Determination of the non-metallic content;
German and English version prEN 17308:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-09-22 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 net@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 Elastomer-Technik (NET), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 52 Seiten

DIN-Normenausschuss Elastomer-Technik (NET)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17308:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 366 „Materialien aus Altreifen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von UNI (Italien) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 045-01-02 AA „Reifenverwertung“ im DIN-Normenausschuss Elastomer-Technik (NET).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3534-1:2006	siehe	DIN ISO 3534-1:2009-10
ISO 23529	siehe	DIN ISO 23529

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 17308 (DIN SPEC 3758):2019-06 wurden die folgenden Änderungen vorgenommen:

- a) Umwandlung von einer DIN CEN/TS in eine DIN EN;
- b) redaktionelle Überarbeitung des Dokuments.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3534-1:2009-10, *Statistik — Begriffe und Formelzeichen — Teil 1: Wahrscheinlichkeit und allgemeine statistische Begriffe (ISO 3534-1:2006); Text Deutsch und Englisch*

DIN ISO 23529, *Elastomere — Allgemeine Bedingungen für die Vorbereitung und Konditionierung von Prüfkörpern für physikalische Prüfverfahren*

– *Entwurf* –

E DIN EN 17308:2023-10

– Leerseite –

Oktober 2023

prEN 17308

Aus Altreifen gewonnene Materialien – Stahldrähte – Bestimmung der nicht-metallischen Bestandteile

Materials produced from end of life tyres – Steel wire – Determination of the non-metallic content

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Prüfprogramm	7
5 Bestimmung der nicht-metallischen Bestandteile im Stahldraht	7
5.1 Allgemeines	7
5.2 Aufstellen eines Probenahmeplans und Vorbereitung der Laborprobe	7
5.2.1 Grundsatz der korrekten Probenahme	7
5.2.2 Probenahmeplan	8
5.2.3 Festlegung der Losgröße	8
5.2.4 Probenahmestelle und -apparatur	8
5.2.5 Größe einer Einzelprobe	8
5.2.6 Anzahl der Einzelproben	9
5.2.7 Messspezifische Merkmale der Probenahme	9
5.2.8 Visuelle Bewertung	9
5.3 Lagerung und Transport der Laborprobe(n)	9
5.4 Laborprobe(n) und Prüfmenge(n)	9
5.4.1 Allgemeines Prinzip	9
5.4.2 Laborprobe	9
6 Bestimmung mittels Pyrolyseverfahren	9
6.1 Kurzbeschreibung	9
6.2 Prüfeinrichtung	10
6.2.1 Analysewaagen	10
6.2.2 Einrichtung für das Pyrolyseverfahren	10
6.2.3 Apparatur zur Reinigung des Stahldrahts	10
6.2.4 Magnete	12
6.2.5 Schale	12
6.3 Probenahme	12
6.4 Bestimmung	12
6.5 Angabe der Ergebnisse	13
7 Bestimmung mittels hydrostatischen Verfahrens	14
7.1 Kurzbeschreibung	14
7.2 Vorbehandlung	14
7.3 Prüfeinrichtung	14
7.3.1 Analysewaage	14
7.3.2 Einrichtung für die hydrostatische Prüfung	14
7.3.3 Reagenzien	16
7.4 Durchführung	16
7.5 Berechnung	16
7.6 Messspezifische Merkmale	17
8 Bericht	17
Anhang A (informativ) Muster eines Prüfberichtblattes	19
Anhang B (informativ) Schematische Darstellung eines Pyrolysators	20
Anhang C (informativ) Erläuterung der für das hydrostatische Verfahren verwendeten Gleichung	21
Literaturhinweise	23

Bilder

Bild 1 — Beschreibung der I-Trommel ($L = 700 \text{ mm}$, $\Phi = 130 \text{ mm}$, $v = 20 \text{ min}^{-1}$)	12
Bild 2 — Beschreibung der während der Pyrolyse stattfindenden Phasen	13
Bild 3 — Prüfeinrichtung	15
Bild B.1 — Schematische Darstellung eines Pyrolysators	20

Tabellen

Tabelle 1 — Prüfdatenblatt	16
---	-----------

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17308:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 366 „Materialien aus Altreifen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von UNI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt zwei verschiedene Verfahren zur quantitativen Bestimmung der am Stahldraht verbleibenden nicht-metallischen Bestandteile aus der Rückgewinnung von Materialien aus Altreifen fest.

Das Pyrolyseverfahren wird als Referenzverfahren betrachtet, während das hydrostatische Verfahren als *In-situ*-Verfahren betrachtet wird.

Dieses Dokument beinhaltet die Probenahme und die Vorbereitung von repräsentativen Proben auf Grundlage eines Probenahmeplans zum Zweck ihrer Charakterisierung.

Dieses Dokument behandelt nicht die Leistungsfähigkeit oder Nutzungseignung der Materialien, die von Vereinbarungen zwischen Hersteller und Kunden abhängig sind.

Dieses Dokument gibt nicht vor, alle unter Umständen mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsaspekte zu behandeln. Dieses Dokument legt keine entsprechenden Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz fest und regelt nicht die Anwendbarkeit verordnungsrechtlicher Beschränkungen vor ihrer Umsetzung.

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).

EN 14243 (Normreihe), *Materialien aus Altreifen*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach und die folgenden Begriffe.

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

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Probe

Menge an Material, aus einer Grundgesamtheit entnommen, um Information über diese zu erhalten

3.2

Einzelprobe

Anteil des Materials, das in einem einmaligen Vorgang mit einer Entnahmevorrichtung gezogen wird

[QUELLE: ISO 13909:2009 (alle Teile) — Die Definition ist angepasst.]

3.3

Eigenschaft

Merkmal, das hilft, Elemente einer bestimmten Grundgesamtheit zu erkennen oder zwischen ihnen zu unterscheiden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Eigenschaften können entweder quantitativ (Betrachtung von Variablen) oder qualitativ (Betrachtung von Attributen) sein.

[QUELLE: ISO 3534-1:2006]

3.4

Los

definierte Menge eines Materials, für die die Eigenschaft zu bestimmen ist

Anmerkung 1 zum Begriff: In Normen zur Probenahme wird das Los auch als die festgelegte Größe oder das Volumen bezeichnet, das als geeignet betrachtet wird, um das Material zu bewerten. Daraus ergibt sich, dass Abweichungen, die im Material in einem kleineren Maßstab als das definierte Los auftreten, nicht als relevant gelten.

3.5

Sammelprobe

Probe, die aus allen aus einem Los entnommenen Einzelproben besteht

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Sammelprobe ist eine Materialmenge, die für das Los repräsentativ ist, dessen Qualität zu bestimmen ist.

3.6

Feldprobe

Probe, die im Feld genommen wird und aus der Laborproben hergestellt werden

3.7

Laborprobe

Probe oder Teilprobe, die dem Labor übergeben oder von diesem erhalten wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Wird die Laborprobe durch Teilen, Mischen, Mahlen oder durch Kombination dieser Möglichkeiten weiter aufbereitet (reduziert), entsteht im Ergebnis die Prüfprobe. Wenn keine Aufbereitung der Laborprobe notwendig ist, kann die Laborprobe direkt als Prüfprobe verwendet werden. Zur Durchführung der Prüfung oder Analyse wird eine Prüfmenge von der Prüfprobe entnommen. Die Laborprobe ist vom Standpunkt der Probensammlung die endgültige Probe, vom Gesichtspunkt des Labors ist sie jedoch die Ausgangsprobe.

Anmerkung 2 zum Begriff: Mehrere Laborproben können aufbereitet und an unterschiedliche Labors gesendet werden, oder sie können für verschiedene Zwecke an dasselbe Labor geschickt werden. Im letzteren Fall werden sie im Allgemeinen als eine einzelne Laborprobe betrachtet und als solche dokumentiert.

[QUELLE: IUPAC-Definition]

3.8

Prüfprobe

aus der Laborprobe hergestellte Probe, von der Prüfmengen für die Prüfung oder Analyse entnommen werden

[QUELLE: IUPAC-Definition]

3.9

Grundgesamtheit

Gesamtheit der Elemente oder das Gesamtvolumen des Materials, die/das durch Stichproben zu untersuchen ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Grundgesamtheit ist im Allgemeinen die zweckdienliche, gut definierte Teilmenge der allumfassenden Grundgesamtheit (z. B. eine Jahresproduktion des Materials), von der angenommen wird, dass sie typisch ist für diese größere Grundgesamtheit.

3.10

repräsentative Probe

Probe, die sich aus dem Probenahmeplan ergibt, von der angenommen werden kann, dass sie die interessierenden Eigenschaften der Grundgesamtheit angemessen wiedergibt

[QUELLE: IUPAC-Definition]

3.11

wahrscheinlichkeitstheoretische Probenahme

Probenahme, die entsprechend den statistischen Grundsätzen der Probenahme durchgeführt wird

3.12

Stahldraht

Ergebnis einer Verarbeitung von Altreifen, bei der Stahldrähte von Textild- und Gummifractionen getrennt werden

4 Prüfprogramm

Bei der Durchführung eines Prüfprogramms zur Bestimmung der Produkteigenschaften müssen alle unterschiedlichen Mess-/Prüfschritte berücksichtigt und durch Normen spezifiziert werden, die jeweils einzelne oder mehrere dieser Schritte berücksichtigen, wodurch die erforderliche Kohärenz und Koordination zwischen diesen unterschiedlichen Prüfschritten sichergestellt wird. Diese Schritte sind:

- a) Probenahmeplan;
- b) Ziehung von Feldprobe(n);
- c) Lagerung der Probe(n), Transport;
- d) Vorbehandlung, z. B. Trocknen (falls notwendig);
- e) Quantifizierung, Analyse, Berechnung;
- f) Gesamtprüfbericht.

Bei der Durchführung einiger oder aller Messschritte muss das Prüflabor mit der geeigneten Ausrüstung und sachkundigem Personal arbeiten, um die maßgeblichen Anforderungen, die in dem vorliegenden Dokument festgelegt sind, zu erfüllen. Dies beinhaltet die Kalibrierung der Ausrüstung, z. B. die Kalibrierung der Waage.

5 Bestimmung der nicht-metallischen Bestandteile im Stahldraht

5.1 Allgemeines

Der Prozentsatz der nicht-metallischen Bestandteile ist eine wesentliche Messgröße, die für die Produktklassifikation des Stahldrahts benötigt wird. Bevor der exakte Wert ermittelt werden kann, muss eine repräsentative Probe des zu prüfenden Materials genommen werden.

5.2 Aufstellen eines Probenahmeplans und Vorbereitung der Laborprobe

5.2.1 Grundsatz der korrekten Probenahme

Der Hauptgrundsatz der Probenahme besteht darin, (eine) repräsentative Probe(n) aus einem Materiallos zu entnehmen, aus dem eine Eigenschaft zu bestimmen ist. Wenn das Los durch eine Probe repräsentiert wird, muss jeder Partikel im betreffenden Los dieselbe Wahrscheinlichkeit haben, in die Probe aufgenommen zu werden (d. h. wahrscheinlichkeitstheoretische Probenahme). Beim Stahldraht können diese Grundsätze in der Praxis nicht vollständig angewendet werden, sodass ein anderes Verfahren definiert wird, um die wahrscheinlichkeitstheoretische Probenahme soweit wie möglich sicherzustellen.

ANMERKUNG Die Zielsetzung dieses Verfahrens besteht darin, Proben so zu entnehmen, dass sie für das produzierte Material tatsächlich repräsentativ sind. Dies ist einfacher, wenn sich das Material bewegt (z. B. auf einem Transportband). Daher wird die Probenahme von sich bewegendem Material wann immer möglich bevorzugt.

5.2.2 Probenahmeplan

Vor der Probenahme nach 5.2.4 bis 5.2.8 ist ein schriftlicher Probenahmeplan zu erstellen. Die Anzahl der Einzelproben darf nicht unter der in 5.2.6 angegebenen Mindestanzahl von Einzelproben liegen.

Für die Probenahme ist ein Formular zu erstellen, das die folgenden Mindestangaben enthält:

- a) den Namen des Produzenten;
- b) eine eindeutige Identifizierungsnummer der Probe;
- c) den Namen des Probennehmers;
- d) den/die Ort(e), das Datum und die Uhrzeit der Probenahme;
- e) die Identifizierungsnummer des zu prüfenden Loses (auf Grundlage von 5.2.3);
- f) eine Verweisung auf dieses Dokument;
- g) jede Abweichung von diesem Dokument.

Im ausgefüllten Zustand ist dieses Formular das Probenahmertzifikat.

5.2.3 Festlegung der Losgröße

Die Losgröße ist vom Produzenten in Übereinstimmung mit den geforderten Spezifikationen zu definieren und ist eine festgelegte Menge, für die eine Eigenschaft bestimmt wird. Die Losgröße M_{lot} darf vom Produzenten definiert werden als:

- a) eine festgelegte Menge, die zwischen zwei Maschineneinstellungen produziert wurde;
- b) eine festgelegte Menge, die an einem Produktionstag/einer Schicht produziert wurde;
- c) eine festgelegte Menge von mindestens 10 t.

Die Losgröße basiert auf Entscheidungen des Qualitätsmanagements der Produktion oder spezifischen Kundenanforderungen.

5.2.4 Probenahmestelle und -apparatur

Auf Grundlage von Gesundheits- und Arbeitssicherheitsbewertungen sowie der Ausstattung des Produzenten ist eine festgelegte Stelle für die Entnahme von Einzelproben auszuwählen. Die Probenahme hat mittels eines Probenahmekastens oder einer anderen geeigneten Vorrichtung zu erfolgen. Der Probenahmekasten wird durch den Strom des herunterfallenden Materials geführt, sodass er gleichmäßig den gesamten Fluss des fallenden Materials durchschneidet. Der Kasten muss groß genug sein, um nicht überfüllt zu werden. Automatische Systeme, die diese Kriterien erfüllen, dürfen ebenfalls verwendet werden.

Einzelproben müssen innerhalb des Loses mit derselben Frequenz genommen werden, um das gesamte Los zu repräsentieren.

5.2.5 Größe einer Einzelprobe

Beide der folgenden Kriterien müssen erfüllt sein:

- Mindestmasse der Einzelprobe: 0,5 kg;
- Mindestvolumen der Einzelprobe: 2 dm³.

ANMERKUNG Masse und Volumen wurden entsprechend den vorhandenen Erfahrungen berechnet.

5.2.6 Anzahl der Einzelproben

Die Mindestanzahl der Einzelproben hängt von der Größe des Loses ab, aus dem die Proben entnommen werden:

$$n = 4 + 0,01 \times M_{\text{lot}}$$

Dabei ist

n die zulässige Mindestanzahl der Einzelproben, gerundet auf die nächste Ganzzahl;

M_{lot} die Masse des Loses in Tonnen.

5.2.7 Messspezifische Merkmale der Probenahme

Die Unterabschnitte werden mit den Ergebnissen der zweiten Validierungsphase aktualisiert.

5.2.8 Visuelle Bewertung

Die Einzelproben werden einer visuellen Bewertung unterzogen, und die Beobachtungen bezüglich der Qualität sollten als zusätzliche Informationen vermerkt und entsprechend dem Qualitätsmanagement, den Best-Practice-Richtlinien oder spezifischen Kundenanforderungen aufgezeichnet werden.

5.3 Lagerung und Transport der Laborprobe(n)

Einzelprobe(n) und Sammelprobe(n) sind so in einen versiegelten Probenahmekasten zu legen, dass während der Lagerung und des Transports kein Material verloren geht. Für den Fall, dass eine Sammelprobe an ein externes Labor versandt wird, ist diese trocken mit einem beigefügten Probenahmertzifikat zu lagern. Zur Vorbehandlung siehe 7.2.

5.4 Laborprobe(n) und Prüfmenge(n)

5.4.1 Allgemeines Prinzip

Die Form und die Größe des Stahldrahts gestatten keine Unterteilung der Probe und Viertelung ohne erheblichen Einfluss auf die Probenzusammensetzung. Eine Probenvervielfältigung kann nur durch die gleichzeitige Entnahme mehrerer Einzelproben durchgeführt werden. Wenn weitere Einzelproben zusammengeführt werden, können sie nicht mehr ohne Veränderung ihrer Zusammensetzung in Prüfmengen unterteilt werden.

5.4.2 Laborprobe

Die Laborprobe kann anschließend durch Zusammenführung von mindestens vier Einzelproben aus demselben Los erhalten werden. Die Analyse der Laborprobe wird wie in Abschnitt 6 für das Referenzverfahren bzw. wie in Abschnitt 7 für das *In-situ*-Verfahren beschrieben durchgeführt.

6 Bestimmung mittels Pyrolyseverfahren

6.1 Kurzbeschreibung

Dieses Verfahren basiert auf der Zersetzung einer Stahldrahtprobe, die nach einer der mechanischen Schleifbehandlungen von Altreifen (en: End-of-Life Tyres, ELTs) genommen wurden, in einer inerten Atmosphäre.

Sowohl der Stahl als auch die nicht-metallischen Bestandteile sind zu wiegen, um die Mengen der einzelnen Komponenten zu bestimmen.

6.2 Prüfeinrichtung

6.2.1 Analysewaagen

Die Analysewaagen, die zum Wiegen der Laborprobe und des Stahldrahts verwendet werden, müssen eine Fehlergrenze von ± 1 g besitzen.

6.2.2 Einrichtung für das Pyrolyseverfahren

Die Einrichtung für das Pyrolyseverfahren umfasst:

- einen sockelmontierten Widerstandsofen;
- einen Spaltofen unterhalb eines Spaltsteigrohres, in das ein Kammerofen eingefügt ist, der das Produkt für die Pyrolyse enthält;
- eine Kondensator-Apparatur.

6.2.3 Apparatur zur Reinigung des Stahldrahts

Bei der Pyrolysereaktion bleibt im Allgemeinen Ruß am Stahldraht zurück, sodass eine mechanische Behandlung erforderlich ist.

Die einfache mechanische Reinigung mit anschließender Rückgewinnung des Stahldrahts mittels eines Magneten reicht aus, um den Stahldraht vollständig vom karbonisierten Gummi zu trennen.

Dieser Vorgang kann mittels einer I-Trommel oder einer Trommel-Siebtrommel (siehe Bild 1 unten) ausgeführt werden.



a)

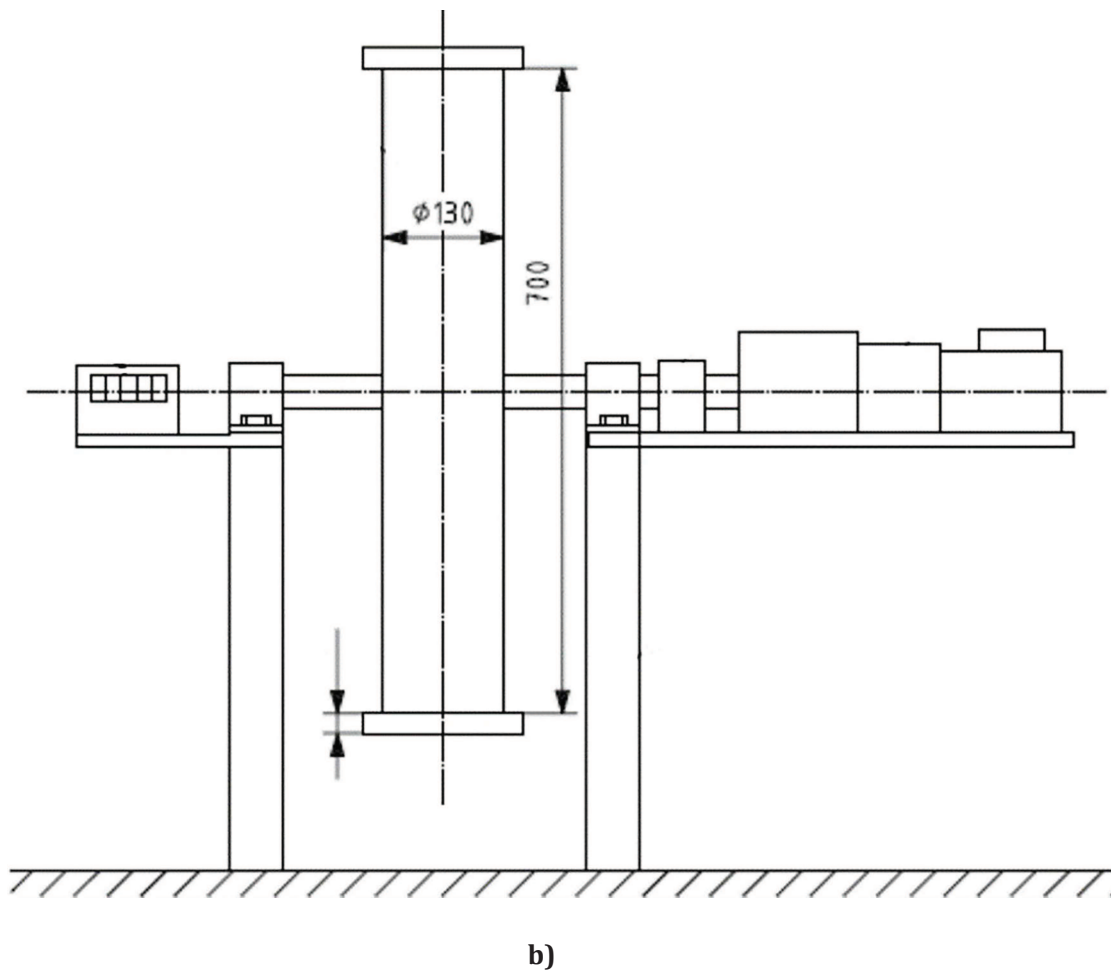


Bild 1 — Beschreibung der I-Trommel ($L = 700 \text{ mm}$, $\Phi = 130 \text{ mm}$, $v = 20 \text{ min}^{-1}$)

6.2.4 Magnete

Bei dem Permanentmagneten muss es sich um einen Neodym-Magneten handeln. Seine Magnetfeldintensität muss im Bereich von 0,1 T bis 1 T liegen, und seine Oberfläche darf nicht weniger als 2 cm^2 betragen.

Der Magnet darf mit einer nicht-magnetischen Abschirmung versehen sein, um die Rückgewinnung des Drahts durch dessen Entfernung aus dem Magnetfeld zu erleichtern.

6.2.5 Schale

Die Schale dient zur Wiedergewinnung der ferromagnetischen Elemente.

6.3 Probenahme

Die Laborprobe wird durch Mischen der verschiedenen Feldproben hergestellt.

Der Probenahmeplan ist wie in EN 14243 dargestellt umzusetzen.

6.4 Bestimmung

Für die Prüfmenge von 2 kg sind die folgenden Parameter anzuwenden:

— Pyrolyse der Probe