

DIN EN ISO 11357-5



ICS 83.080.01

EntwurfEinsprüche bis 2024-05-22
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 11357-5:2014-07

**Kunststoffe –
Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) –
Teil 5: Bestimmung von charakteristischen Reaktionstemperaturen und
-zeiten, Reaktionsenthalpie und Umsatz (ISO/DIS 11357-5:2024);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 11357-5:2024**

Plastics –
Differential scanning calorimetry (DSC) –
Part 5: Determination of characteristic reaction-curve temperatures and times, enthalpy of
reaction and degree of conversion (ISO/DIS 11357-5:2024);
German and English version prEN ISO 11357-5:2024

Plastiques –
Analyse calorimétrique différentielle (DSC) –
Partie 5: Détermination des températures et temps caractéristiques de la courbe de réaction,
de l'enthalpie de réaction et du degré de transformation (ISO/DIS 11357-5:2024);
Version allemande et anglaise prEN ISO 11357-5:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-03-22 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument 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 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 30 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 11357-5:2024) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS (Schweden) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 054-01-03 AA „Physikalische, rheologische und analytische Prüfungen“ im DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK).

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.

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 EN ISO 11357-5:2014-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Anwendungsbereich wurde auf die konventionelle DSC beschränkt;
- b) bei Reaktionen, die sich mit der Zersetzung überschneiden, wird der Anwender auf die schnelle DSC verwiesen.

April 2024

prEN ISO 11357-5

Kunststoffe – Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) – Teil 5: Bestimmung von charakteristischen Reaktionstemperaturen und -zeiten, Reaktionsenthalpie und Umsatz (ISO/DIS 11357-5:2024)

Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 5: Determination of characteristic reaction-curve temperatures and times, enthalpy of reaction and degree of conversion (ISO/DIS 11357-5:2024)

Plastiques – Analyse calorimétrique différentielle (DSC) – Partie 5: Détermination des températures et temps caractéristiques de la courbe de réaction, de l'enthalpie de réaction et du degré de transformation (ISO/DIS 11357-5:2024)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Geräte und Substanzen	6
6 Probekörper	6
7 Prüfbedingungen und Konditionieren der Probekörper	6
8 Kalibrierung	6
9 Durchführung	6
9.1 Allgemeines	6
9.2 Temperaturabastverfahren	6
9.3 Isothermes Verfahren	7
9.3.1 Allgemeines	7
9.3.2 Verfahren mit konstanter Temperatur	7
9.3.3 Bei Umgebungstemperatur beginnendes Verfahren	7
9.3.4 Restenthalpie	8
10 Bestimmung der Ergebnisse	8
10.1 Bestimmung der charakteristischen Temperaturen und der Reaktionsenthalpie (Temperaturabastverfahren)	8
10.2 Bestimmung der charakteristischen Zeiten und der Reaktionsenthalpie (isothermes Verfahren)	9
10.3 Bestimmung des Umsatzes	10
10.3.1 Allgemeines	10
10.3.2 Berechnung von α aus einer Temperaturabastung	10
10.3.3 Berechnung von α aus einer isothermen Kurve	12
11 Präzision	13
12 Prüfbericht	13
Literaturhinweise	15

Bilder

Bild 1 — DSC-Kurve mit exothermem Peak (Temperaturabastverfahren)	8
Bild 2 — DSC-Kurve mit exothermem Peak (isothermes Verfahren)	9
Bild 3 — DSC-Kurve mit exothermem Peak (unmittelbarer Reaktionsbeginn)	10
Bild 4 — Berechnung des Umsatzes aus einer Temperaturabastung	11
Bild 5 — Beispiel für die Erhöhung von α mit der Temperatur	11
Bild 6 — Berechnung des Umsatzes aus einer isothermen Kurve	12
Bild 7 — Erhöhung von α mit der Zeit	13

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 11357-5:2024) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 11357-5:2014 ersetzen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 11357-5:2024 wurde von CEN als prEN ISO 11357-5:2024 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC Directives, Teil 1, beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC Directives, Teil 2, erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

ISO weist auf die Möglichkeit hin, dass die Anwendung dieses Dokuments mit der Verwendung eines oder mehrerer Patente verbunden sein kann. ISO bezieht jedoch in dieser Hinsicht keinerlei Stellung bezüglich Nachweis, Gültigkeit oder Anwendbarkeit jeglicher beanspruchten Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments lag ISO keine Mitteilung über ein Patent bzw. mehrere Patente vor, welche/s zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich sein könnte/n. Anwender werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies möglicherweise nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann jedoch der Patentdatenbank unter www.iso.org/patents entnommen werden. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 5, *Physical-chemical properties*, erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 11357-5:2013), die technisch überarbeitet wurde. Wesentliche technische Änderungen sind folgende:

- der Anwendungsbereich wurde auf die konventionelle DSC beschränkt;
- bei Reaktionen, die sich mit der Zersetzung überschneiden, wird der Anwender auf die schnelle DSC verwiesen.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 11357 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren für die Bestimmung von Reaktionstemperaturen und -zeiten, Reaktionsenthalpien und Umsätzen mithilfe der in ISO 11357-1 festgelegten konventionellen dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) fest.

Das Verfahren gilt für Monomere, Vorphymere und Polymere im festen oder flüssigen Zustand. Der Werkstoff kann Füllstoffe und/oder Initiatoren im festen oder flüssigen Zustand enthalten.

Dieses Dokument ist nicht auf die in ISO 23976 festgelegte schnelle DSC anwendbar.

WARNUNG — Beim Arbeiten mit Werkstoffen, die eine unkontrollierte Reaktion eingehen oder ein anderes gefährliches Verhalten zeigen könnten, sollte vorsichtig vorgegangen werden.

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).

ISO 11357-1, *Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 1: General principles*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 11357-1 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

Polymerisation

Vorgang, bei dem ein Monomer oder eine Mischung aus Monomeren in ein Polymer überführt wird

3.2

Vernetzung

Vorgang, bei dem vielfache intermolekulare kovalente oder ionische Bindungen zwischen Polymerketten gebildet werden

3.3

Umsatz

Menge an Reaktionsprodukt, die bei einer Reaktion erhalten wird, im Vergleich zur höchstmöglichen Menge an diesem Produkt

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Umsatz hängt sowohl von der Zeit als auch von der Temperatur ab.

4 Kurzbeschreibung

Die Kurzbeschreibung ist in ISO 11357-1 festgelegt.

Beim beschriebenen Prüfverfahren werden mithilfe von DSC-Kurven verschiedene Reaktionsstufen angezeigt.

5 Geräte und Substanzen

Die Geräte und Substanzen sind in ISO 11357-1 festgelegt.

6 Probekörper

Die Probekörper sind in ISO 11357-1 festgelegt.

Falls nicht anders festgelegt, wird eine Masse von 5 mg bis 20 mg verwendet, und die Probekörpermasse wird angepasst, wenn der thermische Effekt zu groß oder zu gering ist.

7 Prüfbedingungen und Konditionieren der Probekörper

Für Polymere sind die Prüfbedingungen und das Konditionieren der Probekörper in ISO 11357-1 festgelegt.

Bei Probekörpern, bei denen flüchtige Bestandteile freigesetzt werden, kann es erforderlich sein, die Konditionierung und Prüfung mit dem Probekörper durchzuführen, der in einem gasdichten, gegenüber hohen Temperaturen und Druck widerstandsfähigen Probekörpertiegel untergebracht wird.

Geeignete Konditionierungsverfahren müssen zwischen den beteiligten Parteien vereinbart und in den Prüfbericht aufgenommen werden.

8 Kalibrierung

Die Kalibrierung ist in ISO 11357-1 festgelegt.

9 Durchführung

9.1 Allgemeines

Bei der Prüfung darf in Abhängigkeit von den erforderlichen Informationen eines der beiden unterschiedlichen Verfahren angewendet werden:

- Temperaturabtastverfahren;
- isothermes Verfahren.

9.2 Temperaturabtastverfahren

Das Temperaturabtastverfahren ist in ISO 11357-1 festgelegt.

Eine Temperaturabtastung wird ausgehend von der Umgebungstemperatur bis zu einer Temperatur durchgeführt, die ausreichend hoch ist, um den gesamten Reaktionspeak mit einer Abtastrate im Bereich zwischen 5 K/min und 20 K/min aufzuzeichnen. Bei allen für Vergleichszwecke vorgesehenen Prüfungen wird die gleiche Abtastrate angewendet.

Die Endtemperatur muss niedriger sein als die Temperatur, die dem Beginn der Polymerzersetzung entspricht.

Eine Vorprüfung kann bei der Bestimmung der Zersetzungstemperatur zweckdienlich sein.

ANMERKUNG Wenn sich zu analysierende Reaktionen mit der Zersetzung überschneiden, wird der Anwender auf die in ISO 23976 festgelegte schnelle DSC verwiesen. Dieses Verfahren lässt wesentlich höhere Heizraten zu, welche im Falle ausreichender Unterschiede der Aktivierungsenergien die Trennung von derartigen Störwirkungen ermöglichen können.

9.3 Isothermes Verfahren

9.3.1 Allgemeines

Das isotherme Verfahren kann nach dem Einbringen des Probekörpers in die DSC-Probenhalterung auf zwei unterschiedliche Weisen durchgeführt werden:

- bei konstanter Temperatur;
- beginnend bei Umgebungstemperatur und möglichst schnelle Aufheizung bis zum Erreichen der konstanten Messtemperatur.

ANMERKUNG Die Wahl des Verfahrens hängt vom Kalorimetermodell, das für die Prüfung angewendet wird, ab. Die Messtemperatur wird auf der Basis einer Probemessung im Temperaturabtastmodus gewählt. Es ist beabsichtigt, dass die Temperatur in der Nähe der Temperatur liegt, bei der der im Abtastmodus erhaltene Peak beginnt.

9.3.2 Verfahren mit konstanter Temperatur

- a) Der Referenztiegel wird in das Kalorimeter eingesetzt.
- b) Das Gerät wird auf die gewünschte Messtemperatur eingestellt.
- c) Es wird 5 min gewartet, bis sich das Kalorimeter bei der gewählten Temperatur stabilisiert hat.
- d) Der Tiegel mit dem Probekörper wird in das Kalorimeter eingesetzt.
- e) Die DSC-Kurve wird aufgezeichnet.
- f) Der Tiegel mit dem Probekörper wird aus dem Kalorimeter entnommen und auf Umgebungstemperatur abkühlen gelassen.
- g) Der Tiegel mit dem Probekörper wird erneut in das Kalorimeter eingesetzt.
- h) Die DSC-Kurve wird erneut aufgezeichnet (die zweite Kurve wird von der ersten subtrahiert, um eine Korrektur hinsichtlich der Störung des Kalorimeters vorzunehmen, die durch das Einsetzen des Tiegels hervorgerufen wird).

ANMERKUNG Beim Anwenden dieses Verfahrens ist es schwierig sicherzustellen, dass beim wiederholten manuellen Einsetzen des Tiegels in das Kalorimeter bei der Bestimmung und bei der Blindmessung eine ausreichende Wiederholpräzision erreicht wird. Auch können Änderungen des Probekörperzustands während der Reaktion eingetreten sein. Daher kann eine Subtraktion der beiden Kurven zu einem Fehler führen.

9.3.3 Bei Umgebungstemperatur beginnendes Verfahren

- a) Beide Tiegel (Referenz und Probekörper) werden in das Kalorimeter bei Umgebungstemperatur eingesetzt.
- b) Die Kalorimetertemperatur wird mit der höchstmöglichen Heizrate auf die gewählte Messtemperatur erhöht.

ANMERKUNG 1 Falls die Reaktion trotz Anwendung der höchstmöglichen Heizrate bereits während des Aufheizens auf die gewählte Temperatur beginnt, wird der Anwender auf die in ISO 23976 festgelegte schnelle DSC verwiesen. Die wesentlich höheren Heizraten, die bei diesem Verfahren zur Verfügung stehen, können ermöglichen, dass die Messtemperatur erreicht wird, bevor die zu untersuchende Reaktion beginnt.

- c) Die DSC-Kurve wird aufgezeichnet.
- d) Das Kalorimeter wird auf Umgebungstemperatur abkühlen gelassen.