DIN EN ISO 11357-6

ICS 83.080.01

Einsprüche bis 2024-04-02
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 11357-6:2018-07

Entwurf

Kunststoffe – Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) – Teil 6: Bestimmung der Oxidations-Induktionszeit (isothermische OIT) und Oxidations-Induktionstemperatur (dynamische OIT) (ISO/DIS 11357-6:2024); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 11357-6:2024

Plastics –
Differential scanning calorimetry (DSC) –
Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and oxidation induction temperature (dynamic OIT) (ISO/DIS 11357-6:2024);
German and English version prEN ISO 11357-6:2024

Plastiques –
Analyse calorimétrique différentielle (DSC) –
Partie 6: Détermination du temps d'induction à l'oxydation (OIT isotherme) et de la température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique) (ISO/DIS 11357-6:2024);
Version allemande et anglaise prEN ISO 11357-6:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-02-02 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 40 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN ISO 11357-6:2024 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS (Schweden) gehalten wird.

Das zuständige nationale 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 beigefügt. 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 293	siehe	DIN EN ISO 293
ISO 294-3	siehe	DIN EN ISO 294-3
ISO 472	siehe	DIN EN ISO 472
ISO 11357-1	siehe	DIN EN ISO 11357-1
ISO 17855-2	siehe	DIN EN ISO 17855-2
ISO 19069-2	siehe	DIN EN ISO 19069-2
ISO 21302-2	siehe	DIN EN ISO 21302-2

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 11357-6:2018-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) bei der isothermischen OIT wurde die isotherme schrittweise Temperaturkalibrierung hinzugefügt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 293, *Kunststoffe — Formgepresste Probekörper aus Thermoplasten*

DIN EN ISO 294-3, *Kunststoffe — Spritzgießen von Probekörpern aus Thermoplasten — Teil 3: Kleine Platten*

DIN EN ISO 472, *Kunststoffe — Fachwörterverzeichnis*

DIN EN ISO 11357-1, *Kunststoffe — Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) — Teil 1: Allgemeine Grundlagen*

DIN EN ISO 17855-2, *Kunststoffe — Polyethylen (PE)-Formmassen — Teil 2: Herstellung von Probekörpern und Bestimmung von Eigenschaften*

DIN EN ISO 19069-2, *Kunststoffe — Polypropylen (PP)-Formmassen — Teil 2: Herstellung von Probekörpern und Bestimmung von Eigenschaften*

DIN EN ISO 21302-2, *Kunststoffe — Polybuten-1 (PB-1)-Werkstoffe — Teil 2: Herstellung von Probekörpern und Bestimmung von Eigenschaften*

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03

– Leerseite –

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03

Februar 2024

prEN ISO 11357-6

Kunststoffe – Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) – Teil 6: Bestimmung der Oxidations-Induktionszeit (isothermische OIT) und Oxidations-Induktionstemperatur (dynamische OIT) (ISO/DIS 11357-6:2024)

Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and oxidation induction temperature (dynamic OIT) (ISO/DIS 11357-6:2024)

Plastiques – Analyse calorimétrique différentielle (DSC) – Partie 6: Détermination du temps d'induction à l'oxydation (OIT isotherme) et de la température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique) (ISO/DIS 11357-6:2024)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03

E DIN EN ISO 11357-6:2024-03
prEN ISO 11357-6:2024 (D)

Inhalt

		Seite
Europäisches Vorwort		4
Vorwort		5
Einleitung		6
1	Anwendungsbereich	7
2	Normative Verweisungen	7
3	Begriffe	7
4	Kurzbeschreibung	8
4.1	Allgemeines	8
4.2	Oxidations-Induktionszeit (isothermische OIT)	8
4.3	Oxidations-Induktionstemperatur (dynamische OIT)	8
5	Geräte und Substanzen	9
5.1	Allgemeines	9
5.2	DSC-Gerät	9
5.3	Tiegel	9
5.4	Durchflussmessgerät	9
5.5	Sauerstoff	9
5.6	Luft	9
5.7	Stickstoff	9
5.8	Gaswahlschalter und Regler	10
6	Probekörper	10
6.1	Allgemeines	10
6.2	Probekörper aus formgepressten Platten	10
6.3	Probekörper aus spritzgegossenen Platten oder Schmelzextrudaten	10
6.4	Probekörper aus Fertigteilen	11
7	Prüfbedingungen und Konditionieren der Probekörper	11
8	Kalibrierung	11
8.1	Oxidations-Induktionszeit (isothermische OIT)	11
8.1.1	Allgemeines	11
8.1.2	Dynamische Temperaturkalibrierung	11
8.1.3	Isotherme schrittweise Temperaturkalibrierung	12
8.2	Oxidations-Induktionstemperatur (dynamische OIT)	12
9	Durchführung	12
9.1	Einrichten des Geräts	12
9.2	Einbringen des Probekörpers in den Tiegel	12
9.3	Einsetzen der Tiegel	12
9.4	Stickstoff-, Luft- und Sauerstoffdurchfluss	12
9.5	Einstellen der Empfindlichkeit	12
9.6	Durchführung der Messung	13
9.6.1	Oxidations-Induktionszeit (isothermische OIT)	13
9.6.2	Oxidations-Induktionstemperatur (dynamische OIT)	14
9.7	Reinigung	14
10	Angabe der Ergebnisse	15
11	Präzision und systematische Messabweichung	17
12	Prüfbericht	17
Literaturhinweise		19

Bilder

Bild 1 — Schematische Oxidations-Induktionszeit-Kurve — Tangentenverfahren der Analyse . . 14

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03

Bild 2 — Schematische Oxidations-Induktionstemperatur-Kurve — Tangentenverfahren der Analyse 15
Bild 3 — Oxidations-Induktionszeit-Kurve mit Vorderflanke — Offset-Analysenverfahren 16
Bild 4 — Oxidations-Induktionstemperatur-Kurve mit Vorderflanke — Offset-Analysenverfahren 17

Tabellen

Tabelle 1 — Wiederholpräzision und Vergleichpräzision für isothermische OIT 18
Tabelle 2 — Wiederholpräzision und Vergleichpräzision für dynamische OIT 18

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 11357-6:2024) 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 11357-6:2018 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 11357-6:2024 wurde von CEN als prEN ISO 11357-6:2024 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03

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 vierte Ausgabe ersetzt die dritte Ausgabe (ISO 11357-6:2018), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— bei der isothermischen OIT wurde die isotherme schrittweise Temperaturkalibrierung hinzugefügt.

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.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03

Einleitung

Die in diesem Dokument beschriebene Messung der Oxidations-Induktionszeit oder -temperatur stellt ein Instrument zur Bewertung der Konformität des geprüften Werkstoffs mit einer gegebenen Kunststoffcompound-Formulierung zur Verfügung; sie ist jedoch nicht dafür vorgesehen, die Konzentration des Antioxidationsmittels zu bestimmen. Unterschiedliche Antioxidationsmittel können verschiedene Oxidations-Induktionszeiten oder -temperaturen aufweisen. Aufgrund der Wechselwirkung des Antioxidationsmittels mit anderen Substanzen in der Formulierung können sich verschiedene Oxidations-Induktionszeiten oder -temperaturen selbst bei Erzeugnissen, die die gleiche Art und Konzentration des Antioxidationsmittels aufweisen, ergeben.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren für die Bestimmung der Oxidations-Induktionszeit (isothermische OIT, en: oxidation induction time) und Oxidations-Induktionstemperatur (dynamische OIT, en: oxidation induction temperature) von polymeren Werkstoffen mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC, en: differential scanning calorimetry) fest. Es ist anwendbar auf Polyolefinharze, die in einer vollständig stabilisierten oder vermischten Form entweder als Rohmaterialien oder als Fertigerzeugnisse vorliegen. Es kann auf andere Kunststoffe angewendet 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 293, *Plastics — Compression moulding of test specimens of thermoplastic materials*

ISO 294-3, *Plastics — Injection moulding of test specimens of thermoplastic materials — Part 3: Small plates*

ISO 472, *Plastics — Vocabulary*

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

ISO 17855-2, *Plastics — Polyethylene (PE) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties*

ISO 19069-2, *Plastics — Polypropylene (PP) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties*

ISO 21302-2, *Plastics — Polybutene-1 (PB-1) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 472 und 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
Oxidations-Induktionszeit
isothermische OIT, en: isothermal oxidation induction time
relatives Maß der Beständigkeit eines stabilisierten Werkstoffs gegen oxidative Zersetzung, das durch die kalorimetrische Messung des Zeitintervalls bis zum Beginn der exothermen Oxidation des Werkstoffs bei einer festgelegten Temperatur in einer Sauerstoff- oder Luftatmosphäre unter Atmosphärendruck bestimmt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie wird in Minuten (min) angegeben.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03

3.2
Oxidations-Induktionstemperatur
dynamische OIT, en: dynamic oxidation induction time
relatives Maß der Beständigkeit eines stabilisierten Werkstoffs gegen oxidative Zersetzung, das durch die kalorimetrische Messung der Temperatur beim Beginn der exothermen Oxidation des Werkstoffs bestimmt wird, wenn dieser einer festgelegten Heizrate in einer Sauerstoff- oder Luftatmosphäre unter Atmosphärendruck ausgesetzt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie wird in Grad Celsius (°C) angegeben.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Oxidations-Induktionstemperatur wird auch als Oxidations-Angangstemperatur (en: oxidation onset temperature, OOT) bezeichnet.

4 Kurzbeschreibung

4.1 Allgemeines

Die Zeit, während der, oder die Temperatur, bis zu der ein in einem Probekörper vorhandenes Antioxidations-/Stabilisatorsystem eine Oxidation hemmt, wird gemessen, während der Probekörper in einer Sauerstoff- oder Luftatmosphäre isotherm bei einer festgelegten Temperatur gehalten oder bei einer konstanten Heizrate aufgeheizt wird. Die Oxidations-Induktionszeit oder -temperatur stellt eine Bewertung des Niveaus (oder Grades) der Stabilisierung des geprüften Werkstoffs dar. Höhere Prüftemperaturen ergeben geringere Oxidations-Induktionszeiten; höhere Heizraten ergeben höhere Oxidations-Induktionstemperaturen. Die Oxidations-Induktionszeit und -temperatur hängen ebenfalls von der Probekörperoberfläche ab, die für eine Oxidation zugänglich ist. Es sollte beachtet werden, dass Prüfungen, die in reinem Sauerstoff durchgeführt werden, eine geringere Oxidations-Induktionszeit oder -temperatur ergeben als Prüfungen, die unter üblichen atmosphärischen Luftbedingungen durchgeführt werden.

ANMERKUNG Die Oxidations-Induktionszeit oder -temperatur können das tatsächliche Niveau des Antioxidationsmittels im Probekörper anzeigen. Bei der Auswertung der Daten sollte jedoch Vorsicht geboten sein, weil die Reaktionskinetik der Oxidation eine Funktion der Temperatur und der inhärenten Eigenschaften der in der Probe enthaltenen Zusatzstoffe ist. Ergebnisse aus den Messungen der Oxidations-Induktionszeit oder -temperatur werden z. B. häufig angewendet, um optimale Harzformulierungen auszuwählen. Flüchtige Antioxidationsmittel oder Unterschiede in den Aktivierungsenergien der Oxidationsreaktionen können schlechte Ergebnisse bei den Messungen der Oxidations-Induktionszeit oder -temperatur verursachen, selbst wenn die Antioxidationsmittel bei der für die Anwendung des Fertigerzeugnisses vorgesehenen Temperatur eine angemessene Wirkung aufweisen können.

4.2 Oxidations-Induktionszeit (isothermische OIT)

Der Probekörper und eine Referenzsubstanz werden bei einer konstanten Rate in einer Inertgasumgebung (Stickstoffstrom) aufgeheizt. Wenn die festgelegte Temperatur erreicht ist, wird die Atmosphäre durch die Sauerstoff- oder Luftatmosphäre mit der gleichen Durchflussrate ersetzt. Der Probekörper wird dann bei der konstanten Temperatur gehalten, bis die Oxidationsreaktion am Thermogramm angezeigt wird. Die isothermische OIT ist das Zeitintervall zwischen dem Beginn des Sauerstoff- oder Luftdurchflusses und dem Einsetzen der Oxidationsreaktion. Das Einsetzen der Oxidation wird durch eine steile Zunahme der vom Probekörper abgegebenen Wärme angezeigt und kann mit einem Dynamischen Differenz-Kalorimeter (DSC) beobachtet werden. Die isothermische OIT wird nach 9.6.1 bestimmt.

4.3 Oxidations-Induktionstemperatur (dynamische OIT)

Der Probekörper und eine Referenzsubstanz werden bei einer konstanten Rate in einer Sauerstoff- oder Luftatmosphäre aufgeheizt, bis die Oxidationsreaktion am Thermogramm angezeigt wird. Die dynamische OIT ist die Temperatur, bei der die Oxidationsreaktion einsetzt. Das Einsetzen der Oxidation wird durch eine steile Zunahme der vom Probekörper abgegebenen Wärme angezeigt und kann mit einem Dynamischen Differenz-Kalorimeter (DSC) beobachtet werden. Die dynamische OIT wird nach 9.6.2 bestimmt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 11357-6:2024-03