

DIN ISO 3384-1

ICS 83.060

Einsprüche bis 2015-07-22
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 3384:2008-07

Entwurf

**Elastomere oder thermoplastische Elastomere –
Bestimmung der Spannungsrelaxation unter Druck –
Teil 1: Prüfung bei konstanter Temperatur
(ISO 3384-1:2011 + Amd.1:2013);
Text Deutsch und Englisch**

Rubber, vulcanized or thermoplastic –
Determination of stress relaxation in compression –
Part 1: Testing at constant temperature (ISO 3384-1:2011 + Amd.1:2013);
Text in German and English

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique –
Détermination de la relaxation de contrainte en compression –
Partie 1: Essais à température constante (ISO 3384-1:2011 + Amd.1:2013);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-05-22 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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 nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: 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 43 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
DIN-Normenausschuss Kautschuktechnik (FAKAU)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
5 Gerät	7
6 Probekörper	8
6.1 Form der Probekörper und Herstellung der Probekörper	8
6.2 Messen der Probekörpermaße	9
6.3 Anzahl der Probekörper	9
6.4 Zeitspanne zwischen Herstellung und Prüfung	9
6.5 Konditionierung der Probekörper	9
7 Dauer, Temperatur und Prüflüssigkeit	10
7.1 Prüfdauer	10
7.2 Beanspruchungstemperatur	10
7.3 Badflüssigkeiten	10
8 Durchführung	10
8.1 Vorbereitung	10
8.2 Dickenmessung	11
8.3 Verfahren A	11
8.4 Verfahren B	11
9 Angabe der Ergebnisse	12
10 Präzision	12
11 Prüfbericht	12
Anhang A (informativ) Präzision	14
Anhang B (informativ) Anleitung zum Gebrauch von Präzisionsdaten	16
Anhang C (normativ) Kalibrierungsprogramm	17
Literaturhinweise	20

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 3384-1:2011 „*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of stress relaxation in compression — Part 1: Testing at constant temperature*“ und die Internationale Änderung ISO 3384-1 Amd. 1:2013 sind unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Diese Norm enthält die Änderung 1, die von ISO im März 2013 heraus gegeben wurde. Anfang und Ende der durch die Änderung eingefügten oder geänderten Texte sind jeweils durch Änderungsmarken   angegeben.

Diese Norm wurde vom ISO/TC 45 „Rubber and rubber products“ (Sekretariat: DSM, Malaysia), SC 2 „Testing and analysis“ (Sekretariat: SIS, Schweden) unter Mitwirkung des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP), zuständiger Arbeitsausschuss NA 062-04-34 AA „Prüfung der physikalischen Eigenschaften von Kautschuk und Elastomeren“, erarbeitet.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der ISO 3384-1 entsprechend der diesbezüglich durch ISO erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 37 siehe DIN 53504
ISO 188 siehe DIN 53508
ISO 1817 siehe DIN ISO 1817
ISO 3601-1 siehe DIN ISO 3601-1
ISO 23529 siehe DIN ISO 23529

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 3384:2008-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die wechselnden Temperaturen wurden aus der Norm entfernt und werden in einem anderen Teil behandelt;
- b) die normativen Verweisungen wurden aktualisiert;
- c) es wurde ein Plan zur Kalibrierung aufgenommen;
- d) redaktionelle Änderungen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 53504, *Prüfung von Kautschuk und Elastomeren — Bestimmung von Reißfestigkeit, Zugfestigkeit, Reißdehnung und Spannungswerten im Zugversuch*

DIN 53508, *Prüfung von Kautschuk und Elastomeren — Künstliche Alterung*

DIN ISO 1817, *Elastomere — Bestimmung des Verhaltens gegenüber Flüssigkeiten*

DIN ISO 3601-1, *Fluidtechnik — O-Ringe — Teil 1: Innendurchmesser, Schnurstärken, Toleranzen und Bezeichnung*

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

Einleitung

Wirkt auf Elastomere eine konstante Verformung, so bleibt die Kraft, die erforderlich ist, die Verformung aufrecht zu erhalten, nicht konstant, sondern sinkt mit der Zeit; dieses Verhalten wird als „Spannungsrelaxation“ bezeichnet. Werden Elastomere umgekehrt einer konstanten Spannung unterworfen, nimmt die Verformung mit der Zeit zu; dieses Verhalten wird als „Kriechen“ bezeichnet.

Die Vorgänge, die für die Spannungsrelaxation verantwortlich sind, können physikalischer oder chemischer Natur sein, und unter allen üblichen Bedingungen treten beide Arten von Vorgängen gleichzeitig auf. Bei normalen oder tiefen Temperaturen und/oder in kurzen Zeiträumen wird die Spannungsrelaxation jedoch von physikalischen Vorgängen bestimmt, während bei hohen Temperaturen und/oder über lange Zeiträume chemische Vorgänge vorherrschen.

Soll die Lebensdauer eines Materials untersucht werden, so kann sie mit dem Alterungstest im Wärmeschränk bestimmt werden, der in ISO 11346 (siehe Literaturhinweise) beschrieben wird.

Neben der Notwendigkeit, die Temperaturen und Zeitintervalle bei einem Spannungsrelaxations-Test vorzugeben, ist es nötig, die Anfangsspannung festzulegen sowie die mechanische Vorgeschichte des Probekörpers, da selbige ebenfalls die gemessene Spannungsrelaxation beeinflussen können, speziell bei füllstoffhaltigen Elastomersorten.

Der wichtigste Faktor zur Erzielung guter Wiederhol- und Vergleichpräzision bei Spannungsrelaxationsversuchen ist das Beibehalten von konstanter Temperatur und Verformung während aller Messungen.

Elastomere oder thermoplastische Elastomere — Bestimmung der Spannungsrelaxation unter Druck — Teil 1: Prüfung bei konstanter Temperatur

WARNUNG — Personen, die diese Internationale Norm anwenden, sollten mit der üblichen Praxis im Labor vertraut sein. Diese Internationale Norm gibt nicht vor, alle eventuell vorhandenen Sicherheitsprobleme, die mit ihrem Gebrauch zusammenhängen, anzusprechen. Der Anwender ist verantwortlich für die Einhaltung entsprechender Sicherheitsvorkehrungen und Gesundheitsvorsorge sowie für die Einhaltung nationaler gesetzlicher Vorschriften.

WICHTIG — Einige Arbeitsabläufe, die in dieser Norm festgelegt sind, enthalten möglicherweise die Nutzung oder Bildung von Substanzen oder aber die Produktion von Abfall, die zu einem lokalen Umweltrisiko führen können. Es sollte auf eine adäquate Dokumentation über die sichere Handhabung und Entsorgung nach Gebrauch verwiesen werden.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 3384 legt zwei Verfahren fest zur Bestimmung des Abfalls der Gegenkraft, die von einem Probekörper aus vulkanisiertem oder thermoplastischem Kautschuk ausgeübt wird, der auf ein konstantes Maß komprimiert und in diesem Zustand bei vorgegebener Prüftemperatur gehalten wurde. Die Gegenkraft kann entweder mit einem kontinuierlichen oder mit einem diskontinuierlichen Messsystem ermittelt werden.

Zwei Formen von Probekörpern sind zugelassen: Zylindrische Probekörper und Ringe. Unterschiedliche Formen und Größen der Probekörper liefern unterschiedliche Ergebnisse, und der Vergleich von Ergebnissen sollte auf Probekörper gleicher Größe und Form beschränkt bleiben.

Die Verwendung von Ringprobekörpern ist besonders geeignet zur Bestimmung der Spannungsrelaxation in Flüssigkeitsumgebung.

Dieser Teil der ISO 3384 beschreibt nur Prüfungen bei konstanter Raumtemperatur oder erhöhter Temperatur. Die Prüfung bei Temperaturen unterhalb der Standard-Labortemperatur wird nicht festgelegt. Die Verfahren sind auch bei tiefen Temperaturen verwendet worden, doch ist ihre Zuverlässigkeit unter diesen Bedingungen nicht erwiesen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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 37:2011, *Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of tensile stress-strain properties*

ISO 188:2011, *Rubber, vulcanized or thermoplastic — Accelerated ageing and heat resistance tests*

ISO 1817, *Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of the effect of liquids*

ISO 3601-1:2008, *Fluid power systems — O-rings — Part 1: Inside diameters, cross-sections, tolerances and designation code*

ISO 18899:2004, *Rubber — Guide to the calibration of test equipment*

ISO 23529:2010, *Rubber — General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Druck-Spannungsrelaxation

Abfall der Druckspannung, ausgedrückt in Prozent der Anfangskraft, der im Laufe der Zeit nach Aufbringen einer konstanten Druckverformung auftritt

4 Kurzbeschreibung

Ein Probekörper aus vulkanisiertem oder thermoplastischem Kautschuk wird auf ein konstantes Maß komprimiert und bei einer vorgegebenen Prüftemperatur gehalten. Der Abfall der Gegenkraft wird dann gemessen.

Bei Verfahren A werden Verformung und sämtliche Gegenkraftmessungen bei Prüftemperatur vorgenommen.

Bei Verfahren B werden Verformung und sämtliche Gegenkraftmessungen bei Standard-Labortemperatur vorgenommen. Die Probekörper werden bei der Prüftemperatur gelagert.

Die Prüfung kann in einem gasförmigen oder flüssigen Medium durchgeführt werden.

Die Verfahren A und B zur Durchführung der Messung ergeben nicht dieselben Werte für die Spannungsrelaxation, und ein Vergleich der nach beiden Verfahren erhaltenen Werte sollte vermieden werden. Welches Verfahren gewählt wird, hängt vom Zweck des Versuchs ab. So könnte für grundlegende Versuche und für Anwendungen, wo die Abdichtung bei erhöhten Temperaturen ein Problem darstellt, Verfahren A bevorzugt werden, und für Anwendungen, wo periodische Wechsel zwischen normaler und erhöhter Temperatur zu überstehen sind, Verfahren B.

ANMERKUNG Für spezielle Zwecke können andere Verfahren angewendet werden, wie das Aufbringen der Verformung bei Standard-Labortemperatur und die Durchführung aller Gegenkraftmessungen bei einer davon abweichenden Temperatur.

5 Gerät

5.1 Druckvorrichtung, bestehend aus zwei parallelen, planen, hochpolierten Platten aus verchromtem Stahl, nichtrostendem Stahl oder einem anderen korrosionsbeständigen Werkstoff, zwischen deren Oberflächen die Probekörper komprimiert werden. Ebenheit, Oberflächenrauheit, Parallelität und Steifigkeit der Platten sind sämtlich von Bedeutung.

Die Oberfläche der Druckplatten sind geschliffen und poliert. Die Druckplatten müssen eben sein und unter Last sich nicht verbiegen.

ANMERKUNG Eine Güte der Oberfläche mit einer mittleren Rauheit R_a (siehe ISO 4287) von nicht schlechter als 0,4 μm hat sich als geeignet erwiesen. Ein solche Rauheit R_a ist durch Schleifen oder Polieren zu erreichen.

In montiertem Zustand ohne Probekörper darf der Spalt zwischen den Platten um nicht mehr als $\pm 0,01$ mm schwanken.

Unter Prüflast mit einem Probekörper zwischen den Platten darf sich keine der Druckplatten mehr als 0,01 mm durchbiegen.

Die Platten müssen von ausreichender Größe sein, um sicherzustellen, dass der gesamte verformte Probekörper im Bereich der Platten verbleibt und sich seitlich frei ausdehnen kann.

Für Ringprobekörper müssen die Platten in ihrem mittleren Bereich Löcher von mindestens 2 mm Durchmesser haben, um einen Druckausgleich und eine Zirkulation der Flüssigkeit innerhalb des ringförmigen Probekörpers zu ermöglichen.

Es muss möglich sein, die Druckvorrichtung mit einer geeigneten Einrichtung zu verbinden, um den Probekörper auf das vorgeschriebene Maß mit der vorgeschriebenen Geschwindigkeit zu komprimieren und die Gegenkraft, die der komprimierte Probekörper ausübt, mit einer Unsicherheit von 1 % des Messwertes zu messen.

Die Vorrichtung muss in der Lage sein, die Verformung zu fixieren und während der gesamten Versuchsdauer aufrecht zu erhalten, und es muss möglich sein, die Vorrichtung in einem Wärmeschrank bei der vorgeschriebenen Prüftemperatur zu lagern. Es muss sichergestellt werden, dass kein Wärmeverlust aus dem Probekörper stattfindet, z. B. durch Wärmeleitung von Metallteilen, die mit der Außenseite des Wärmeschanks verbunden sind.

5.2 Gegenkraft-Messeinrichtung, die in der Lage ist, Kompressionskräfte im gewünschten Bereich mit einer Unsicherheit von 1 % des Messwertes zu messen.

Die Einrichtung darf mit einer kontinuierlichen Messung den Probekörper während der gesamten Dauer des Versuchs überwachen, was eine kontinuierliche Messung der Änderung der Gegenkraft mit der Zeit ermöglicht. Die Verformung des Probekörpers muss während der Versuchsdauer auf $\pm 0,01$ mm konstant gehalten werden.

Als Alternative darf eine Druckprüfeinrichtung verwendet werden, um die Gegenkraft zu vorgeschriebenen Zeitpunkten zu messen. In diesem Falle wird die Kraft gemessen, die erforderlich ist, eine leichte zusätzliche Verformung des Probekörpers herbeizuführen. Diese Zusatzverformung muss möglichst klein sein und darf in keinem Fall größer als eine Kraft von 1 N bei kraftgeregelten Maschinen entsprechen, oder größer als 0,05 mm bei weggeregelten Maschinen sein. Die gesamte Kraft, die von dem Probekörper als Folge der zusätzlichen Verformung ausgeübt wird, muss auf die Kraftmesseinrichtung wirken. Es muss möglich sein, die Verformung von einer Messung zur anderen auf $\pm 0,01$ mm zu reproduzieren.

5.3 Prüfeinrichtung

5.3.1 Für Prüfungen in gasförmigen Medien ist ein Heißluftofen, der die Anforderungen der ISO 188 erfüllt, zu verwenden. Einer der Öfen, der die Anforderungen der ISO 188:2011, Verfahren A erfüllt, wird empfohlen.

ANMERKUNG Wird die Prüfung unter Stickstoff durchgeführt, kann eine oxidative Alterung verhindert werden und das Ergebnis wird nur von einer thermischen Alterung beeinflusst. Dies darf verwendet werden, um Bedingungen bei denen das Produkt nicht der Luft ausgesetzt ist, z. B. Dichtungen in Öl oder Dampf, zu simulieren.

5.3.2 Für Prüfungen in Flüssigkeiten wird die Druckvorrichtung vollständig in die Flüssigkeit getaucht unter Verwendung eines Bades oder einem geschlossenen Behälter, wenn es sich um flüchtige oder giftige Flüssigkeiten handelt. Die freie Zirkulation der Flüssigkeit durch die Löcher in die Druckplatten muss sichergestellt sein. Die Flüssigkeit wird auf die geforderte Prüftemperatur gebracht, durch eine geeignete Regelung mit einer Heizung und einer Zirkulation der Flüssigkeit im Bad oder alternativ durch Lagerung des Flüssigkeitsbades und der Druckvorrichtung in einem Heißluftofen, wie oben beschrieben.

5.4 Temperaturmesseinrichtung, mit einem Fühler mit ausreichender Genauigkeit. Der Temperaturfühler muss so angebracht sein, dass er die Temperatur am Probekörper genau misst.

6 Probekörper

6.1 Form der Probekörper und Herstellung der Probekörper

6.1.1 Allgemeines

Die Probekörper sind entweder durch Heizen in einer Form oder nach ISO 23529 durch Ausschneiden aus geheizten Platten oder Fertigartikeln herzustellen.

ANMERKUNG Die Ergebnisse von Probekörpern unterschiedlicher Größe sind nicht vergleichbar.

6.1.2 Zylindrische Probekörper

Der Probekörper ist eine zylindrische Scheibe von $13\text{ mm} \pm 0,5\text{ mm}$ Durchmesser und $6,3\text{ mm} \pm 0,3\text{ mm}$ Dicke.

6.1.3 Ringprobekörper

Der bevorzugte Ringprobekörper ist ein Ring mit quadratischem Querschnitt, ausgeschnitten aus einer Platte des Probenmaterials mittels Kreisschneider. Ein geeignetes Gerät zur Herstellung kleiner Ringprobekörper ist in ISO 37:2011, Anhang A, angegeben.

Der Probekörper muss folgende Maße haben:

- Dicke: $2,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$
- Innendurchmesser: $15,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$
- Ringbreite: $2,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$

Die Platten dürfen durch Vulkanisieren oder aus Fertigartikeln durch Schneiden und Schleifen hergestellt werden.

Als Alternative darf ein O-Ring der Größe ISO 3601-1-14 $\times$ 2,65-G-N nach ISO 3601-1:2008 (Innendurchmesser 14 mm und Durchmesser des Querschnitts 2,65 mm) als Standardprobekörper verwendet werden.

O-Ringe anderer Maße sowie Lippen- oder Flachdichtungen anderer Bauform dürfen als Nicht-Standardprobekörper verwendet werden, wo es zweckmäßig erscheint.

ANMERKUNG Die meisten Prüfmaschinen haben Spannvorrichtungen, in denen der Probekörper dadurch verformt wird, dass eine Druckplatte bis auf Anschläge geschraubt wird. Das ergibt eine feste Dicke im verformten Zustand. Probekörper innerhalb der oben genannten Grenzabmaße weisen nicht notwendig die richtige Verformung auf, wenn sie in solchen Spannvorrichtungen verformt werden. Es ist wichtig, dass eine Druckverformung innerhalb der in 8.3.4 und 8.4.3 angegebenen Grenzen durch sorgfältige Abstimmung von Spannvorrichtung und Probekörper eingehalten wird.

6.2 Messen der Probekörpermaße

Die Probekörpermaße sind nach ISO 23529 zu bestimmen.

6.3 Anzahl der Probekörper

Vorzugsweise sind drei Probekörper zu prüfen, doch für Routine- oder orientierende Prüfungen sind zwei Probekörper zulässig.

6.4 Zeitspanne zwischen Herstellung und Prüfung

Die Spanne zwischen Herstellung und Prüfung muss ISO 23529 entsprechen.

6.5 Konditionierung der Probekörper

6.5.1 Vor der Prüfung sind die Probekörper erst einer thermischen, dann einer mechanischen Konditionierung, wie in 6.5.2 und 6.5.3 näher beschrieben, zu unterwerfen.

6.5.2 Die thermische Konditionierung ist durchzuführen, indem die Probekörper 3 h bei 70 °C erwärmt werden. Nach der thermischen Konditionierung sind die Probekörper mindestens 16 h und höchstens 48 h bei Standard-Labortemperatur zu lagern, bevor sie mechanisch konditioniert oder geprüft werden.

6.5.3 Die mechanische Konditionierung muss bei einer der Standard-Labortemperaturen nach ISO 23529 wie folgt durchgeführt werden:

Die Probekörper sind bis auf dieselbe Verformung, die bei der restlichen Prüfung aufgebracht wird, zu komprimieren und dann sofort zu entspannen; diese Prozedur ist zu wiederholen, bis insgesamt fünf Zyklen von Verformen und sofortigem Entspannen absolviert sind.

Nach der mechanischen Konditionierung sind die Probekörper mindestens 16 h und höchstens 48 h bei Standard-Labortemperatur zu lagern, bevor sie geprüft werden.

Es wurde festgestellt, dass die mechanische Konditionierung die Vergleichpräzision der Prüfung verbessert, besonders bei Mischungen, die nennenswerte Anteile an Füllstoffen enthalten, doch ist sie bei Fertigartikeln nicht immer angebracht und kann daher zu Ergebnissen führen, die nicht für den Einsatz typisch sind. In solchen Fällen darf die mechanische Konditionierung unterbleiben, vorausgesetzt, die thermische Konditionierung wird durchgeführt. Dieser Verzicht ist im Prüfbericht anzugeben.

7 Dauer, Temperatur und Prüfflüssigkeit

7.1 Prüfdauer

Wenn nicht anders angegeben, beträgt die Prüfdauer vorzugsweise $\left(168_{-2}^0\right)$ h.

Wenn Zwischenmessungen durchgeführt werden, werden Zeiten von 3 h $_{-10}^0$ min, 6 h $_{-20}^0$ min, $\left(24_{-0,5}^0\right)$ h und $\left(72_{-1}^0\right)$ h bevorzugt. Die Prüfdauer zählt ab der Anfangsverformung. Wenn längere Zeiten angewandt werden, ist eine logarithmische Zeitskala zu verwenden.

Bei Verfahren B, wenn die Verformung bei Standard-Labortemperatur durchgeführt wird, ist jedes Mal, eine Konditionierungsphase von 2 h (ist nicht Bestandteil der Prüfdauer) vorzusehen, wenn der Probekörper zur Messung auf diese Temperatur konditioniert wird.

7.2 Beanspruchungstemperatur

Die Beanspruchungstemperatur ist aus der Liste der Vorzugstemperaturen nach ISO 23529 zu wählen. Beanspruchungstemperaturen, die einen schnellen Abbau oder Verdampfung der Prüfflüssigkeit zur Folge haben, sind zu vermeiden.

7.3 Badflüssigkeiten

Die Prüfflüssigkeit ist der speziellen Anwendung entsprechend zu wählen, sollte jedoch vorzugsweise der Liste in ISO 1817 entstammen.

8 Durchführung

8.1 Vorbereitung

Die Kontaktflächen der Druckvorrichtung sind sorgfältig zu reinigen. Bei Prüfungen in einem gasförmigen Medium ist ein dünner Film eines Gleitmittels, das das Elastomer nicht merklich angreift, aufzutragen.

ANMERKUNG Eine Silikon- oder Fluorsilikon-Flüssigkeit (mit einer kinematischen Viskosität von etwa 0,01 m²/s) und Molybdändisulfid haben sich als geeignete Gleitmittel erwiesen.

8.2 Dickenmessung

8.2.1 Zylindrische Probekörper

Die Dicke jedes Probekörpers ist in seiner Mitte auf 0,01 mm zu messen, und zwar nach der thermischen und vor der mechanischen Konditionierung bei der gewählten Standard-Labortemperatur, wie in ISO 23529: 2010, Verfahren A, vorgeschrieben.

8.2.2 Ringprobekörper

Die axiale Dicke jedes Probekörpers ist an vier um etwa 90° versetzten Stellen auf 0,01 mm zu messen, und zwar nach der thermischen und vor der mechanischen Konditionierung bei der gewählten Standard-Labortemperatur, wie in ISO 23529 vorgeschrieben. Aus dem Mittelwert der Ergebnisse ist die erforderliche Verformung zu berechnen. Einzelwerte eines einzelnen Probekörpers dürfen sich um nicht mehr als 0,05 mm unterscheiden, andernfalls ist der Probekörper zu verwerfen.

8.3 Verfahren A

8.3.1 Druckvorrichtung und Prüfumgebung sind auf Prüftemperatur zu bringen.

8.3.2 Bei Prüfung in einer Flüssigkeit sind Probekörper und Kontaktflächen der Druckvorrichtung vorsichtig mit der Prüfflüssigkeit zu benetzen. Bei Prüfung in einem gasförmigen Medium ist ein dünner Film eines Gleitmittels, das das Elastomer nicht merklich angreift, aufzutragen (siehe 8.1).

8.3.3 Unmittelbar nach der Schmierung ist der Probekörper bei der Prüftemperatur nach ISO 23529 zu lagern. Eine Konditionierung von mindestens 30 min wird empfohlen. Bei Temperaturen oberhalb 150 °C sind nach ISO 23529 längere Zeiten erforderlich.

8.3.4 Der vorgewärmte Probekörper ist in die vorgewärmte Druckvorrichtung (5.1) zu legen oder, wenn die Vorwärmung in der Druckvorrichtung erfolgt, in die Druckvorrichtung zu legen und dann vorzuwärmen. Der Probekörper ist in der Druckvorrichtung bei der Prüftemperatur um $(25 \pm 2) \%$ zu verformen oder ist die Verformung von 25 % nicht zu erreichen um $(15 \pm 2) \%$ oder weniger, in jeweils 5 %-Schritten. Der Probekörper ist innerhalb der Zeitspanne von 30 s bis 120 s zu verformen. Ist die Endverformung erreicht, ist sie zu fixieren und für die gesamte Prüfdauer beizubehalten (abgesehen von der weiteren kleinen Verformung, die zur Messung der Gegenkraft aufgebracht wird, wie in dem Alternativverfahren in 5.2 erwähnt).

8.3.5 Die anfängliche Gegenkraft F_0 ist mit einer Genauigkeit von 1 % des Messwertes bei der Prüftemperatur (30 ± 1) min nach Erreichen der Verformung zu messen.

8.3.6 Die Messung der Gegenkraft F_t ist nach den in 7.1 vorgeschriebenen Zeiten zu wiederholen. Alle Messungen sind bei der Prüftemperatur durchzuführen.

Nach der letzten Messung bei der Prüftemperatur kann der Probekörper auf Standard-Labortemperatur abgekühlt und eine weitere Messung der Gegenkraft durchgeführt werden.

ANMERKUNG Wertvolle Zusatzinformation kann erhalten werden, wenn die Relaxationsprüfung abgeschlossen ist. Untersuchungen haben gezeigt, dass der Grad der Erholung (bei der Prüftemperatur) ein Maß für die bleibenden chemischen Umsetzungen ist, die parallel zur physikalischen Relaxation ablaufen (siehe Literatur [4]).

8.4 Verfahren B

8.4.1 Die Prüfumgebung ist auf Prüftemperatur zu bringen.

8.4.2 Bei Prüfung in einer Flüssigkeit sind Probekörper und Kontaktflächen der Druckvorrichtung vorsichtig mit der Prüfflüssigkeit zu benetzen. Bei Prüfung in einem gasförmigen Medium ist ein dünner Film eines Gleitmittels, das das Elastomer nicht merklich angreift, aufzutragen (siehe 8.1).

8.4.3 Der Probekörper ist in der Druckvorrichtung bei Standard-Labortemperatur um $(25 \pm 2) \%$ zu verformen oder ist die Verformung von 25 % nicht zu erreichen um $(15 \pm 2) \%$ oder weniger, in jeweils 5 %-Schritten. Der Probekörper ist innerhalb der Zeitspanne von 30 s bis 120 s zu verformen. Ist die Endverformung erreicht, ist sie zu fixieren und für die gesamte Prüfdauer beizubehalten (abgesehen von der weiteren kleinen Verformung, die zur Messung der Gegenkraft aufgebracht wird, wie in dem Alternativverfahren in 5.2 erwähnt).

8.4.4 Die anfängliche Gegenkraft F_0 ist mit einer Genauigkeit von 1 % des Messwertes bei Standard-Labortemperatur (30 ± 1) min nach Erreichen der Verformung zu messen.

8.4.5 Unmittelbar nach Messen der Gegenkraft ist der verformte Probekörper bei der festgelegten Prüftemperatur in der Prüfumgebung (siehe 5.3) zu lagern.

8.4.6 Zur Messung der Gegenkraft F_t nach den vorgeschriebenen Zeiten (siehe 7.1) ist das Gerät aus der Prüfumgebung zu nehmen, 2 h bei der Standard-Labortemperatur zu lagern, die Gegenkraft zu bestimmen und dann für den nächsten vorgeschriebenen Zeitabschnitt in die Prüfumgebung zu bringen. Es ist wichtig, dass Gerät und Probekörper innerhalb 2 h das thermische Gleichgewicht erreichen, und eine zwangsweise Kühlung kann (daher) notwendig sein. Die Temperatur ist mit dem Temperaturfühler nach 5.4 zu kontrollieren.

9 Angabe der Ergebnisse

Die Druckspannungsrelaxation $R(t)$ nach einer vorgegebenen Zeit t , ausgedrückt in Prozent der Anfangsgegenkraft, ist durch die folgende Gleichung gegeben:

$$R(t) = \frac{F_0 - F_t}{F_0} \times 100$$

Dabei ist

F_0 die Anfangsgegenkraft nach 30 min;

F_t die Gegenkraft nach der vorgegebenen Prüfdauer t .

Es ist der Medianwert der Probekörper anzugeben. Die Einzelwerte der Probekörper müssen innerhalb 10 % mit dem Medianwert übereinstimmen, andernfalls ist die Prüfung zu wiederholen.

Spannungsrelaxationswerte nach verschiedenen Beanspruchungsdauern sind als Funktion der Zeit über einer logarithmischen Skala aufzutragen, um die Interpretation der Prüfdaten zu erleichtern. Für einige Anwendungen ist es nützlicher, die Druckspannungsverhältnisse, d. h. F_t/F_0 , nach verschiedenen Beanspruchungsdauern statt der Spannungsrelaxationswerte zu berechnen. In diesem Fall sind die Druckspannungsverhältnisse grafisch als Funktion des Logarithmus der Zeit darzustellen.

10 Präzision

Für Präzisionsdaten, siehe Anhang A.

11 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss die folgenden Informationen enthalten:

a) Probendetails:

- 1) eine volle Beschreibung der Proben und ihre Herkunft,
- 2) Verfahren der Probekörperherstellung aus den Proben, z. B. ob geheizt oder geschnitten,
- 3) Mischung und Angaben zur Vulkanisation, wenn angemessen;

b) ein vollständiger Bezug zum verwendeten Prüfverfahren, z. B. die Nummer dieser internationalen Norm und das genutzte Verfahren (A oder B);

c) Prüfdetails:

- 1) Typ des verwendeten Probekörpers,
- 2) Anzahl der geprüften Probekörper,
- 3) besondere Angaben über die Apparatur, z. B. das zur Messung der Gegenkraft verwendete Verfahren,
- 4) die verwendete Standard-Labortemperatur,
- 5) Dauer und Temperatur der Konditionierung der Probekörper vor der Prüfung,
- 6) Dauer und Temperatur der Prüfung,
- 7) die angewandte Verformung: 25 % oder abweichend (ist anzugeben),
- 8) wenn ein Ofen verwendet wurde, Angaben über die Art des Ofens,
- 9) wenn andere Prüfbedingungen verwendet wurden, Details zur Art der Prüfbedingungen,
- 10) Art des verwendeten Gleitmittels,
- 11) jede Abweichung vom vorgeschriebenen Prüfablauf, sei sie vereinbart oder nicht;

d) die Einzelwerte und deren Medianwert,

e) Datum der Prüfung.