

Prüfung von Kautschuk und Gummi
Bestimmung der Gasdurchlässigkeit

DIN
53536

Testing of rubber; determination of gas permeability
Essai du caoutchouc; détermination de la perméabilité au gaz

1. Zweck und Anwendung

Das in dieser Norm beschriebene Prüfverfahren gestattet, den Gasdurchlässigkeits- oder Permeationskoeffizienten von Weichgummi in Abhängigkeit von der Temperatur bei verschiedenem Druckgefälle zu bestimmen. Der Permeationskoeffizient ist eine Stoffkonstante, und deshalb ist seine Bestimmung nicht an ein bestimmtes Prüfverfahren oder eine bestimmte Probenform gebunden. In dieser Norm wird ein einfaches Prüfverfahren beschrieben, das zum Beurteilen der Gasdurchlässigkeit von Weichgummi eine hinreichend große Genauigkeit hat.

Der Permeationskoeffizient ist im allgemeinen von der Temperatur abhängig, nicht jedoch vom jeweils herrschenden Gasdruck. Die Prüfung bei einer einzigen Temperatur kann deshalb nur als Abnahmeprüfung für solche Weichgummisorten dienen, bei denen die Temperaturabhängigkeit des Permeationskoeffizienten genau bekannt ist oder bei denen die Kenntnis der Temperaturabhängigkeit des Permeationskoeffizienten nicht erforderlich ist.

2. Begriff „Permeation“

Den Durchgang eines Gases durch eine feste Probe, die sogenannte Permeation, erklärt T. Graham¹⁾ bei Gummi als einen Vorgang, der sich in drei Schritten vollzieht:

- Lösung des Gases in der Probe,
- Diffusion des gelösten Gases durch die Probe,
- Verdampfung des Gases aus der Probe.

Die kennzeichnende Konstante für diesen Vorgang ist der Permeationskoeffizient, der angibt, welches Gasvolumen bei einer gegebenen Druckdifferenz in einer bestimmten Zeit durch eine Probe bekannter Fläche und Dicke hindurchtritt.

Die Differentialgleichungen, die den Permeations-Vorgang beschreiben, sind in zahlreichen Lehrbüchern ausführlich dargestellt^{2) 3)}. Sie führen für den Fall einer planparallelen Platte, auf deren einer Seite der konstante Druck p_1 und auf deren anderer Seite der konstante Druck $p_2 < p_1$ aufrechterhalten wird, im stationären Zustand zu der Gleichung

$$V = Q \cdot \frac{A}{a} \cdot (p_1 - p_2) \cdot z \quad (1)$$

Hierin bedeuten:

- V das durch die Probe diffundierte Gasvolumen
- Q Permeationskoeffizient
- A Prüffläche der Probe
- a Dicke der Probe

¹⁾ Graham, T.: On the Absorption and Dialytic Separation of Gases by Colloid Septa. Phil. Mag. 32 (1866) S. 401.

²⁾ Jost, W.: Diffusion. Darmstadt: Verlag Steinkopff 1957

³⁾ Stuart, H.: Physik der Hochpolymeren, Band II. Berlin—Göttingen—Heidelberg: Springer-Verlag 1953

p_1 Gasdruck auf der Eingangsseite der Probe

p_2 Gasdruck auf der Ausgangsseite der Probe

z Versuchsdauer

Das durch die Probe diffundierte Gasvolumen V ist also direkt proportional der Versuchsdauer z . Den für den untersuchten Stoff charakteristischen Permeationskoeffizienten Q ermittelt man aus einem beliebigen Wertepaar (z_1, V_1) mit Hilfe von Gleichung (1)

$$Q = \frac{V_1}{z_1} \cdot \frac{a}{A(p_1 - p_2)} \quad (2)$$

Das Wandern des gelösten Gases innerhalb der Probe ist ein Platzwechselfvorgang und deshalb von der Temperatur abhängig. Das bedeutet, daß auch der Permeationskoeffizient Q von der Temperatur abhängt.

Wenn ein Gasgemisch vorliegt, dessen Komponenten stark unterschiedliche Löslichkeit im Gummi haben, so kann u. U. die Abweichung der Permeation von ihrer linearen Zeitabhängigkeit merkbar werden.

3. Proben

3.1. Probenherstellung und Probenform

Das Herstellen der Probe richtet sich nach den für jeden Stoff notwendigen Bedingungen der Formgebung. Als günstigste Probenform wird eine planparallele Platte mit glatter sauberer Oberfläche empfohlen. Auch andere Probenformen können verwendet werden; doch muß dieses im Prüfbericht besonders vermerkt werden.

3.2. Probenabmessungen

Die Probe soll eine Prüffläche A von mindestens 8 cm² haben und ihre Dicke a soll mindestens 0,5 mm und höchstens 3 mm betragen.

4. Prüfgeräte

4.1. Prüfkammer

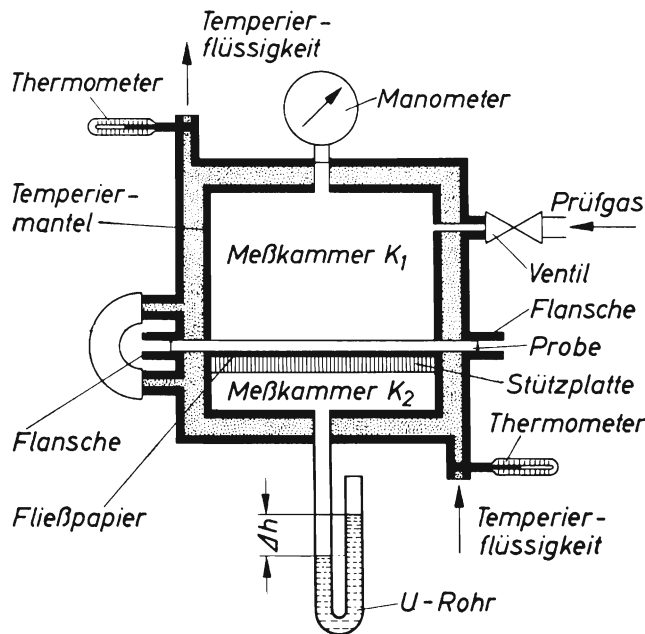
Verwendet werden kann jedes Prüfgerät, das gestattet, die Gasdrücke auf beiden Seiten der Probe hinreichend konstant zu halten, ferner die durch die Probe diffundierte Gasmenge zu messen und schließlich die verschiedenen Prüftemperaturen in den Meßkammern und der Probe einzustellen und konstant zu halten.

Im Bild ist ein einfaches Prüfgerät zur Untersuchung planparalleler Proben schematisch dargestellt.

Die Probe muß sich zwischen den plangeschliffenen Flanschen zweier Meßkammern K_1 und K_2 so einspannen lassen, daß keine nennenswerten Gasmengen an den Einspannstellen und in den Randzonen nach außen entweichen können. Die Meßkammer K_1 nimmt durch das Ventil das Prüfgas auf; der Druck des Gases kann am Manometer abgelesen werden. Um zu verhindern, daß sich die Probe unter der Einwirkung des Druckes durchbiegt, ist eine gasdurchlässige Stützplatte, z. B. eine durchbohrte Metallplatte in der Meßkammer K_2 angebracht.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Wenn sich zwischen Probe und Stützplatte ein Blatt Fließpapier befindet, ist im Rahmen der Meßgenauigkeit die für den Gasdurchgang wirksame Fläche A gleich der



Schematische Darstellung eines Prüfgerätes

freien geometrischen Fläche der Probe innerhalb der Einspannung. An die Meßkammer K_2 ist ein in Volumeneinheiten kalibriertes U-Rohr angeschlossen, das mit einer Flüssigkeit der Dichte ρ gefüllt ist.

4.2. Temperiereinrichtung

Das Prüfgerät muß temperierbar sein. Es empfiehlt sich, die Meßkammern K_1 und K_2 doppelwandig zu gestalten und den Zwischenraum mit einer vortemperierten Heiz- oder Kühlflüssigkeit zu durchspülen (siehe Bild). Das U-Rohr braucht jedoch nicht auf die Temperatur der Meßkammern K_1 und K_2 gebracht zu werden, sondern kann sich auf einer konstanten Temperatur t_U , im einfachsten Fall also auf Raumtemperatur befinden. Es ist jedoch darauf zu achten, daß die Temperatur t_U innerhalb ± 1 grd konstant bleibt. Denn unabhängig von der Temperatur des Gases in den Kammern K_1 und K_2 zeigt das U-Rohr das Volumen des durch die Probe tretenden Gases bei der im U-Rohr herrschenden Temperatur t_U an.

Wegen der Abhängigkeit des gemessenen Volumens V_A vom äußeren Luftdruck p_2 und von der Temperatur t_U muß dieses Volumen noch auf Normzustand (0°C und 760 Torr = 1 atm) reduziert werden (siehe Abschnitt 6.).

4.3. Dickenmeßgerät

Es ist ein Dickenmeßgerät zu verwenden, dessen Tasterfläche mindestens 1 cm^2 und dessen Meßdruck $\leq 200\text{ p/cm}^2$ beträgt. Der Meßfehler darf nicht größer als $0,01\text{ mm}$ sein.

5. Durchführung

5.1. Messung der Dicke der Probe

Vor dem Versuch ist die Dicke der Probe an mindestens fünf Stellen auf $0,01\text{ mm}$ zu messen. Das arithmetische Mittel aus den Meßwerten ist maßgebend.

5.2. Einspannen der Probe

Die Probe wird auf die Stützplatte zwischen den beiden Meßkammern K_1 und K_2 unter Verwendung einer Zwischen-

lage von Fließpapier aufgelegt und fest eingespannt. Dann wird die Meßkammer K_1 mit dem gewünschten Gas gefüllt und durch Beobachten des Manometers festgestellt, ob die Anordnung hinreichend dicht ist.

Anmerkung:

Falls mit einem Gas gemessen wird, das mit Luft ein reaktionsfähiges Gemisch bildet, sind beide Meßkammern vorher mit diesem Gas zu spülen.

5.3. Temperierung der Probe

Wegen der großen Abhängigkeit des Permeationskoeffizienten von der Temperatur muß die Temperatur t_p der Probe innerhalb ± 1 grd konstant gehalten werden. Deshalb wird empfohlen, die Temperatur der Temperierflüssigkeit am Einflußstutzen und am Ausflußstutzen des Prüfgerätes zu messen. Wenn beide Temperaturen gleich sind, ist die Temperatur t_p der Probe gleich der Temperatur der Temperierflüssigkeit.

5.4. Messung der Gasdurchlässigkeit

Sobald die Probe die Prüftemperatur angenommen hat, kann mit der Messung begonnen werden. Dazu wird das durch das Gas aus dem U-Rohr verdrängte Flüssigkeitsvolumen V_A als Funktion der Versuchsdauer bei konstanter Temperatur t_p bestimmt und am besten graphisch dargestellt, um die Proportionalität der beiden Größen nachzuprüfen. Es ist dabei zu berücksichtigen, daß das Prüfgas erst die Luft aus der Probe verdrängen muß, und daß dadurch u. U. ein nichtlinearer Anlaufvorgang entstehen kann, was bei dem späteren Auswerten in Betracht zu ziehen ist. Auch wenn das Prüfgas Luft ist, muß sich zuerst ein lineares Konzentrationsgefälle in der Probe einstellen, bevor der Diffusionsvorgang zeitlich konstant wird.

In dem Umfange, in dem das Gas durch die Probe diffundiert, wird Flüssigkeit aus dem linken Schenkel des U-Rohres verdrängt. Das auf diese Weise gemessene Volumen V_A ist jedoch nicht gleich dem durch die Probe diffundierten Gasvolumen V , denn das Gas in der Kammer K_2 steht wegen der Höhendifferenz Δh der Flüssigkeit in den beiden U-Rohr-Schenkeln unter einem Druck, der größer ist als der äußere Luftdruck p_2 . Deshalb bedarf der Wert V_A einer Korrektur (siehe Abschnitt 6.).

Über Bemessung und Genauigkeit von Gasdurchlässigkeitsmeßgeräten siehe W. Schrüfer⁴⁾.

Es ist darauf zu achten, daß zum Füllen des Manometers eine Flüssigkeit verwendet wird, in der das Prüfgas nicht löslich ist und deren Dampfdruck bei Raumtemperatur niedrig ist, weil sonst der Wert von V_{A1} verfälscht wird.

Gemessen wird im allgemeinen bei $t_p = 30^\circ\text{C}$. Falls bei anderen Temperaturen gemessen wird, ist dies im Prüfbericht besonders zu vermerken. Wenn die Messungen sich über einen Temperaturbereich erstrecken sollen, so ist innerhalb dieses Temperaturbereiches bei mindestens vier verschiedenen Temperaturen zu prüfen.

6. Auswertung

Aus den gemessenen Kurven $V_F = f(z)$ für $t_p = \text{konstant}$ ist für jede Temperatur t_p ein Wertepaar (V_{A1}, z_1) zu entnehmen, und mit Hilfe der folgenden Gleichung (3) sind die Permeationskoeffizienten Q für die jeweiligen Temperaturen t_p zu errechnen. Die Gleichung (3) ist bis auf einen Korrekturfaktor, der die in den Abschnitten 4.1. und 4.2. er-

⁴⁾ Schrüfer, W.: Bestimmung der Gasdurchlässigkeit von Kunststoffolien. Kunststoffe 46 (1956) S. 143