

Oxidationsbeständigkeit von Polymeren: Der OIT-Test

Claire Strasser and Dr. Stefan Schmöler

Einleitung

Der Abbau eines Polymers geht mit einer Verschlechterung seiner Eigenschaften und einer Verkürzung seiner Haltbarkeit einher, so dass in der Regel Stabilisatoren zugesetzt werden, um die oxidative Zersetzung zu verhindern oder zu verlangsamen. Eine einfache und schnelle Methode zur Messung der oxidativen Beständigkeit von Polymeren ist die Durchführung von Oxidationsinduktionstests, auch als OIT bezeichnet, mit einem dynamischen Differenz-Kalorimeter (DSC). Diese Untersuchungen sind international anerkannt und in verschiedenen Normen wie beispielsweise ASTM D3895-92, ASTM D6186, EN 728 und ISO 11357-6 beschrieben.

Messbedingungen

Im Folgenden wurden OIT-Tests an zwei verschiedenen Polyethylenproben mit der DSC 300 *Caliris® Classic* durchgeführt. Für eine gute Reproduzierbarkeit der DSC-Kurven wurden die Proben auf genau dieselbe Art und

Weise vorbereitet, und die Messungen wurden ohne Deckel durchgeführt. Diese Art von Untersuchung ist tatsächlich sehr empfindlich gegenüber Probenvorbereitung und Messparametern; selbst die Größe des Tiegelochs könnte Einfluss auf die Ergebnisse haben.

Der Test beinhaltet drei unterschiedliche Schritte:

- Aufheizung auf eine Temperatur oberhalb der Schmelztemperatur der Probe unter dynamischer Stickstoffatmosphäre
- Isothermes Segment für 3 Minuten unter Stickstoffatmosphäre
- Umschalten der Gasatmosphäre von Stickstoff auf synthetische Luft bis zum Einsetzen der Zersetzung. Das Ende des Tests wird automatisch über die *Proteus®*-Mess- und Auswertesoftware erkannt.

Tabelle 1 fasst die Messbedingungen zusammen.

Tabelle 1 Bedingungen des OIT-Tests

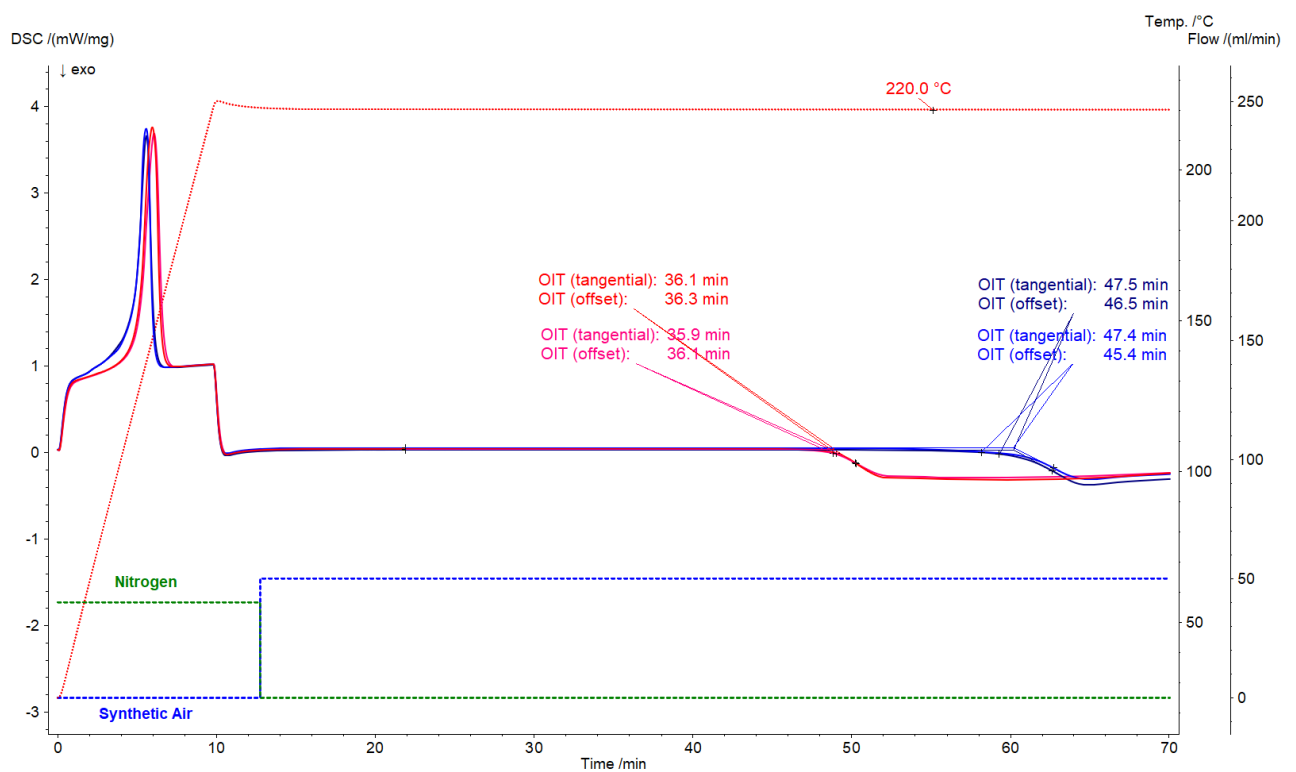
Gerät	DSC 300 <i>Caliris® Classic</i>
Tiegel	<i>Concavus®</i> (Aluminium), offen
Probeneinwaage	10,2 ± 0,2 mg
Temperaturprogramm	25... 220 °C, 20 K/min, Stickstoff (40 ml/min) 220 °C, 3 min, Stickstoff (40 ml/min) 220°C, synthetische Luft (50 ml/min)

Messergebnisse

In Abbildung 1 sind die Messergebnisse dargestellt. Während der Aufheizung wird ein endothermer Peak für das Schmelzen des Polyethylens detektiert. Der oxidative Abbau des Polymers kann im Isothermsegment als exothermer Effekt beobachtet werden. Hier findet er 35,9 bis 36,1 Minuten (tangente Auswertung) nach Umschalten des Gases auf synthetische Luft für Probe 1 statt (rote und pinke Kurven). Probe 2 weist eine bessere Oxidationsstabilität mit einem um mehr als 10 min höheren OIT-Wert auf (blaue und dunkelblaue Kurven). Die Kurven spiegeln die ausgezeichnete Reproduzierbarkeit der Messungen wider.

Fazit

Ein OIT-Test erlaubt die einfache und schnelle Charakterisierung der Oxidationsstabilität von Polymeren sowie den Vergleich ihrer thermooxidativen Performance. Eine sorgfältige Probenvorbereitung in Verbindung mit der hervorragenden Messperformance der DSC 300 Caliris® Classic und der automatischen Auswertefunktion von Proteus® stellen eine gute Reproduzierbarkeit der Ergebnisse sicher.



1 OIT-Messungen an 2 Polyethylen-Proben