

Schnell und sicher wissen, wie viel drin ist

Automatisierte Bestimmung von Faservolumenanteil und Restfeuchte

Der Fasergehalt in glasfaserverstärkten oder mineralgefüllten Kunststoffen ist ein entscheidender Parameter für die Qualität der Polymercompounds. Er wird klassischerweise durch die Veraschung im Muffelofen bestimmt. Das prepASH-System macht das gesamte Untersuchungsverfahren effizienter, schneller und automatisierter.

Zur experimentellen Ermittlung des Faservolumenanteils in Kunststoffen kommt in der Prüfpraxis häufig die Veraschungsmethode zum Einsatz. Dabei wird der organische Anteil des Compounds (Polymer) verbrannt und der zurückbleibende anorganische Rest (Fasern, Füllstoffe und/oder Additive) durch Rückwiegung quantifiziert (**Bild 1**). Die KIMW Prüf- und Analyse GmbH, Lüdenscheid, hat den bisher im Dienstleistungsgeschäft genutzten Mikrowellenverascher zur Bestimmung des Gehalts an anorganischen Füll- und Verstärkungstoffen durch eine sehr effiziente und genaue Methode ersetzt.

Hierzu wird das automatisierte thermogravimetrische Analysesystem (Makro-TGA) prepASH der Firma Precisa Gravimetrics AG Dietikon, Schweiz, verwendet (**Titelbild**). Das Gerät misst die Massenänderungen einer Probe als Funktion von Temperatur und Zeit. Der prepASH kann in einem Analyseschritt die zwei für die Kunststoffbranche relevanten Normen zur Veraschung DIN EN ISO 3451-1 (Kunststoffe-Bestimmung der Asche – Teil 1: Allgemeine Verfahren) und DIN EN ISO 1172 (Textilglasverstärkte Kunststoffe – Prepregs, Formmassen und Lamine – Bestimmung des Textilglas- und Mineralfüllstoffgehalts; Kalzinierungsverfahren) abbilden. Dabei misst er bis zu 29 Proben (14 Doppelbestimmungen: zwei parallele Untersuchungen pro Probe) simultan. Dies bedeutet einen mehr als doppelt so hohen Durchsatz, als es mit dem Mikrowellenverascher möglich ist. Neben der klassischen Glührückstandsbestimmung kann auch der Feuchtegehalt in diesem einen Analyseschritt festgestellt werden.



Das automatisierte thermogravimetrische Analysesystem prepASH kombiniert Messungen und Auswertungen
(© KI Lüdenscheid)

Normkonform und hoher Durchsatz

Der Arbeitsaufwand und die Fehleranfälligkeit sind wesentlich verringert, unter anderem weil lediglich ein einmaliges Einwiegen der Proben direkt im Gerät stattfindet. Zeit- und Temperaturprogramme können als Methode in einem Speicher hinterlegt und für die jeweilige Probe einfach abgerufen werden. Mittels entsprechenden Temperaturprofils können mehrere Parameter in Serie gemessen werden (z.B. Feuchte und Asche). Das Programm ermöglicht bis zu zehn Schritte oder fünf

Temperaturplateaus und vier Resultatoutputs bei einer Einwaage. Es sind Temperaturen bis 1000 °C und Probengrößen bis 30 ml möglich. Eine automatische Gewichtskonstanzerkennung kann auf Wunsch zugeschaltet werden, sodass die Trocknungs- und Veraschungsvorgänge sicher abgeschlossen sind bzw. Zeit eingespart werden kann. Sämtliche Berechnungen werden geräteintern ausgeführt. Die Ergebnisse, Methodenparameter, Gewichts-Temperatur-Kurven etc. werden in einem automatisch erzeugten, individuell anpassbaren Report ausgegeben oder

sind über Schnittstellen online verfügbar (Bild 2). Auch die Statistik wird bei Mehrfachbestimmungen automatisch im Analysebericht ausgegeben, sodass auch dafür keine eigenen Berechnungen mehr notwendig sind.

Um die Viskositätszahl der Polyamide nach DIN EN ISO 307 oder 1628 zu bestimmen, muss der Glührückstand zur Korrektur der Einwaage bestimmt werden. Durch das neue Verfahren konnte die Prüfdauer um einen ganzen Tag reduziert werden. Das Trocknen der Tiegel bis zur Gewichtskonstanz und das damit verbundene Einwiegen und Rückwiegen entfallen. Da gleichzeitig der Feuchtegehalt gemessen und herausgerechnet werden kann, entfällt außerdem die 16-stündige Vortrocknung der Proben.

Hohe Wiederholgenauigkeit, weniger Messunsicherheit

Die Messunsicherheit bei Verfahren wie der Veraschung im Muffelofen oder einem Mikrowellenverascher wird durch das nötige vielfache Probenhandling negativ beeinflusst. Für glasfaserverstärktes Polyamid wird in der DIN EN ISO 3451-1: 2019-05 eine relative Wiederholpräzision von etwa 0,8 % angegeben. Mit dem neuen Verfahren der Makro-TGA konnte durch die Zusammenfassung mehrerer Arbeitsschritte eine wesentlich verbesserte relative Messunsicherheit von 0,4 % ermittelt werden.

Die Bestimmung anorganischer Bestandteile in Kunststoffen mittels Makro-TGA hat sich im Labor der KIMW Prüf- und

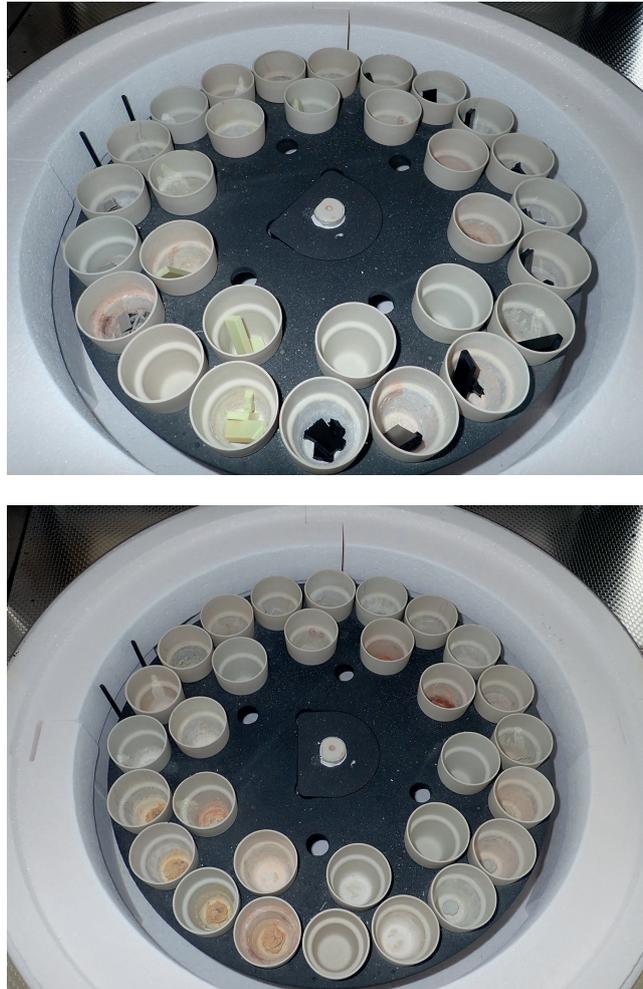


Bild 1. Bei 28 Proben können Textilglas- und Mineralfüllstoffgehalt simultan bestimmt werden. In das TGA werden Probenschalen eingesetzt, die durch eine Präzisionswaage im Ofen gehalten werden. Das obere Bild zeigt die Proben vor dem Erhitzen, unten sind die Proben nach der Messung zu sehen (© KI Lüdenscheid)

Analyse GmbH aufgrund der hohen Genauigkeit, der einfachen Methode mit gleichzeitig hohem Durchsatz, enormer Zeitersparnis und viel geringerem Fehlerpotenzial sehr schnell etabliert und ist aus dem Alltag nicht mehr wegzudenken. ■

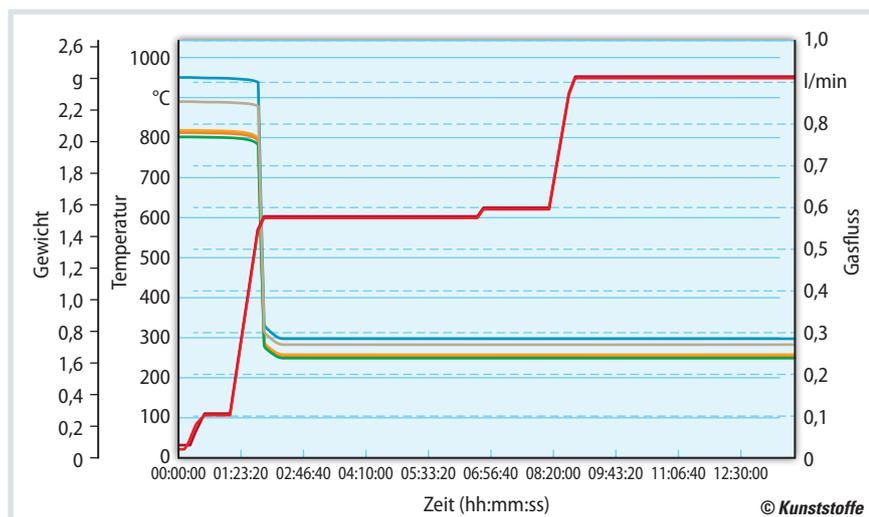


Bild 2. Grafische Darstellung der Ergebnisse: Temperaturverlauf (rot) und Masseverläufe einzelner Proben aus Polyamid 66 mit 30% Glasfaseranteil (© KI Lüdenscheid)

Die Autorin

Dipl.-Ing. Meike Balster, M.Sc., ist stellvertr. Bereichsleiterin Material- und Schadensanalyse am Kunststoff-Institut Lüdenscheid

Service

Digitalversion

Ein PDF des Artikels finden Sie unter www.kunststoffe.de/2019-08