

DIN 16459



ICS 83.120

Bestimmung des Faservolumengehaltes (FVG) von faserverstärkten Kunststoffen mittels thermogravimetrischer Analyse (TGA)

Determination of the fiber volume content of fiber-reinforced Plastics by thermogravimetric analysis (TGA)

Détermination de la teneur en volume de fibres des plastiques renforcés de fibres par analyse thermogravimétrique (TGA)

Gesamtumfang 16 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)
DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Beschreibung der Messmethodik	4
5 Geräte und Reagenzien	5
5.1 Geräte für beide Verfahren	5
5.2 Analysegas für Verfahren A	5
5.3 Analysegas für Verfahren B	5
6 Probekörper	5
6.1 Art der Probekörper	5
6.2 Anzahl und Verteilung der Proben	5
7 Arbeits-, Gesundheits- und Umweltschutz	6
8 Vorbehandlung und Prüfklima	6
8.1 Dichtebestimmung	6
8.2 Konditionierung: Trocknung	6
8.3 Zeitspanne zwischen Vorbehandlung und Prüfung	6
9 Verfahren A: Thermogravimetrische Analyse unter Stickstoffatmosphäre mit Korrekturfaktor	6
9.1 Allgemeines	6
9.2 Eigenschaften der Probekörper	6
9.3 Versuchsdurchführung	7
9.3.1 Positionierung der Probe im Tiegel	7
9.3.2 Prozessparameter	7
9.4 Ermittlung des Korrekturfaktors zur Bestimmung des realen Matrixgewichtes unter Stickstoffatmosphäre	7
9.5 Ermittlung des Faservolumengehaltes an Laminaten	8
9.5.1 Allgemeines	8
9.5.2 Matrixmasse	8
9.5.3 Fasermasse	9
9.5.4 Faservolumengehalt	9
10 Verfahren B: Thermogravimetrische Analyse unter synthetischer Luft	10
10.1 Allgemeines	10
10.2 Geometrie der Probekörper	10
10.3 Versuchsdurchführung	10
10.3.1 Positionierung der Probe im Tiegel	10
10.3.2 Prozessparameter	11
10.4 Ermittlung des Faservolumengehaltes an Laminaten	11
10.4.1 Allgemeines	11
10.4.2 Fasermasse	11
10.4.3 Faservolumengehalt	11
11 Präzision	13
12 Prüfbericht	16

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 054-02-02 AA „Verstärkte Kunststoffe und härtbare Harze“ im DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Diese Norm enthält Verweisungen auf andere normative Publikationen, die entsprechend an den jeweiligen Stellen im Text zitiert werden.

WARNUNG — Einige der in dieser Norm beschriebenen Prüfungen beinhalten die Anwendung von Verfahren, die zu einer Gefährdungssituation führen können.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Faser- und Matrixmasse ausgehärteter Lamine, in denen Kohlenstofffasern separat oder als Mischung mit Glasfasern enthalten sind, fest. Die Matrixzusammensetzung besteht aus duroplastischen oder thermoplastischen Anteilen oder Mischungen aus beiden. Aus den erhaltenen Kennwerten wird der Faservolumengehalt rechnerisch ermittelt.

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).

DIN 51006, *Thermische Analyse (TA) — Thermogravimetrie (TG) — Grundlagen*

DIN EN 2559, *Luft- und Raumfahrt — Kohlenstofffaser-Prepregs — Bestimmung des Harz- und Fasermasseanteils und der flächenbezogenen Fasermasse*

DIN EN ISO 1183-1, *Kunststoffe — Verfahren zur Bestimmung der Dichte von nicht verschäumten Kunststoffen — Teil 1: Eintauchverfahren, Verfahren mit Flüssigkeitspyknometer und Titrationsverfahren*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

4 Beschreibung der Messmethodik

Die im Folgenden beschriebenen Verfahren, unterteilt in Verfahren A und Verfahren B, eignen sich zur rechnerischen Bestimmung des Faservolumengehaltes durch Thermogravimetrische Analyse (TGA). Es wird die Ermittlung von Faservolumengehalten von glasfaserverstärkten und kohlenstofffaserverstärkten Laminen beschrieben sowie von Laminen mit Mischungen aus beiden Faserkomponenten. Das Verfahren A unter Stickstoffatmosphäre eignet sich durch Ermittlung des spezifischen Korrekturfaktors für die Matrix zusätzlich auch für modifizierte Harzsysteme mit mineralischen Füllstoffanteilen. Wenn das Harzsystem einzeln nicht erhältlich ist, wie bei Verwendung von vorimprägnierten Prepregs, oder wenn der Glasfaseranteil separat ermittelt werden soll, eignet sich Verfahren B unter Luftatmosphäre, das keine Korrekturfaktoren für die Matrix in die Berechnung einbezieht.

Die Thermogravimetrischen Analysengeräte bezeichnen Prüfgeräte, die standardmäßig für kleine Einwaagen bis zu einer maximal möglichen Einwaage von 1 g bis 5 g geeignet sind und über eine Gewichtsauflösung von 0,1 µg bis 1 µg verfügen.

5 Geräte und Reagenzien

5.1 Geräte für beide Verfahren

5.1.1 TGA-Prüfgerät mit einer Wäge-Fehlergrenze von $\pm 1 \mu\text{g}$ oder besser.

5.1.2 Aluminiumoxidgegel mit einer Größe von mindestens 600 μl und einer empfohlenen Größe von 900 μl .

5.1.3 Gaskontroller mit einem einstellbaren Bereich: 0 ml/min bis 200 ml/min.

5.1.4 Schneidvorrichtung, z. B. Diamantsäge oder anderes geeignetes Gerät.

5.1.5 Dichtebestimmungsvorrichtung, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

5.1.6 Kammerofen, mit Luftumwälzung und Temperatursteuerung.

5.1.7 Vorrichtung zur normgerechten Bestimmung der Dichte.

5.1.8 Pinzette.

5.2 Analysegas für Verfahren A

5.2.1 Stickstoff mit einer Reinheit von 99,99 %.

5.3 Analysegas für Verfahren B

5.3.1 Synthetische Luft mit einer Reinheit von 99,99 %.

6 Probekörper

6.1 Art der Probekörper

Für die Entnahme der Proben aus dem Laminat ist vom Plattenrand ein Abstand von 10 mm einzuhalten. Insgesamt erfolgt die Entnahme über mehrere möglichst homogen verteilte Abschnitte des Plattenquerschnitts, wobei fehlerbehaftete Bereiche vermieden werden müssen. (z. B. durch Analyse von bildgebenden Verfahren wie Ultraschallbilder)

Es dürfen abweichende Probengeometrien verwendet werden, wenn diese den kompletten Bauteilquerschnitt beinhalten und aus einem festen Teilstück bestehen. Bei sehr dünnwandigen Laminaten dürfen mehrere Laminatproben zu einer Probe zusammengefasst werden.

6.2 Anzahl und Verteilung der Proben

Für die Faservolumengehaltsbestimmung sind mindestens drei Probekörper zu verwenden.