

DIN 16459



ICS 83.120

Ersatz für
DIN 16459:2021-06**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 22 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung der Messmethodik	5
5 Geräte und benötigte Gase	5
5.1 Geräte für alle Verfahren	5
5.2 Geräte für Verfahren A und Verfahren B	6
5.3 Geräte für Verfahren C	6
5.4 Analysengas für Verfahren A	6
5.5 Analysengas für Verfahren B	6
5.6 Analysengas für Verfahren C	6
6 Probekörper	6
6.1 Art der Probekörper	6
6.2 Anzahl und Verteilung der Proben	6
7 Arbeits-, Gesundheits- und Umweltschutz	7
8 Vorbehandlung und Prüfklima	7
8.1 Dichtebestimmung	7
8.2 Konditionierung: Trocknung	7
8.3 Zeitspanne zwischen Vorbehandlung und Prüfung	7
9 Verfahren A: Thermogravimetrische Analyse unter Stickstoffatmosphäre mit Korrekturfaktor	7
9.1 Allgemeines	7
9.2 Eigenschaften der Probekörper	7
9.3 Versuchsdurchführung	8
9.3.1 Positionierung der Probe im Tiegel	8
9.3.2 Prozessparameter	8
9.4 Ermittlung des Korrekturfaktors zur Bestimmung der realen Matrixmasse unter Stickstoffatmosphäre	8
9.5 Ermittlung des Faservolumengehaltes an Laminaten	9
9.5.1 Allgemeines	9
9.5.2 Matrixmasse	9
9.5.3 Fasermasse	10
9.5.4 Faservolumengehalt	10
10 Verfahren B: Thermogravimetrische Analyse unter synthetischer Luft	11
10.1 Allgemeines	11
10.2 Eigenschaften der Probekörper	11
10.3 Versuchsdurchführung	11
10.3.1 Positionierung der Probe im Tiegel	11
10.3.2 Prozessparameter	12
10.4 Ermittlung des Faservolumengehaltes an Laminaten	12
10.4.1 Allgemeines	12
10.4.2 Fasermasse	12
10.4.3 Faservolumengehalt	12
11 Verfahren C: Makro-TGA-Analyse mit Luft	14
11.1 Allgemeines	14
11.2 Eigenschaften der Probekörper	15
11.3 Versuchsdurchführung	15
11.3.1 Positionieren der Probe im Tiegel	15
11.3.2 Prozessparameter	15
11.3.3 Ermittlung des Korrekturfaktors für die Kohlenstofffaser	15

11.4	Ermittlung der Fasermassenanteile	16
12	Präzision	18
13	Prüfbericht	20
	Literaturhinweise	22

Bilder

Bild 1	— Masseverlust an der Matrix zur Ermittlung des Korrekturfaktors	9
Bild 2	— Bestimmung des Masseverlustes zur Berechnung des Faservolumengehaltes nach Verfahren A	11
Bild 3	— Bestimmung des Masseverlustes zur Berechnung des Faservolumengehaltes nach Verfahren B	14
Bild 4	— Beispiel zur Bestimmung des Masseverlustes an den isothermen Haltestufen	17

Tabellen

Tabelle 1	— Temperatur, Heizraten und Spülgasstrom für TGA-Verfahren A	8
Tabelle 2	— Temperatur, Heizraten und Spülgasstrom für TGA-Verfahren B	12
Tabelle 3	— Temperatur, Heizraten und Spülgasstrom für Makro-TGA-Verfahren C mit duromerischer Matrix	15
Tabelle 4	— Ergebnisse für ein Glasfaserverstärkter Kunststoff (GFK)-Laminat mit Infusionstechnologie und Epoxidharz	19
Tabelle 5	— Ergebnisse für ein CFK-Laminat mit thermoplastischer Matrix	19
Tabelle 6	— Ergebnisse für ein CFK-Laminat mit Infusionstechnologie und Epoxidharz	19
Tabelle 7	— Ergebnisse für ein CFK-Laminat in Prepregtechnologie	19
Tabelle 8	— Ergebnisse für ein CFK-Laminat mit Glasfaseranteilen	20

Vorwort

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

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

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

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.

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

Änderungen

Gegenüber DIN 16459:2019-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Makro-TGA als Verfahren C aufgenommen;
- b) Dokument redaktionell überarbeitet.

Gegenüber DIN 16459:2021-06 wurden folgende Korrekturen vorgenommen:

- a) in 10.4.2 Gleichung (5) mit (Masse der Fasern m_{Fa} ist gleich der Masse der Probe nach der Pyrolyse m_V) korrigiert;
- b) Dokument redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 16459: 2019-12, 2021-06

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt drei Verfahren zur Bestimmung der Faser- und Matrixmasse ausgehärteter Lamine, in denen Kohlenstofffasern (CF) separat oder als Mischung mit Glasfasern (GF) enthalten sind, mittels Thermogravimetrischer Analyse (TGA) fest.

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. Das Verfahren C (Makro-TGA) eignet sich für Lamine mit duroplastischer Matrix, insbesondere für größere Lamine mit Mischungen aus Glas- und Kohlenstofffasern, die nicht mit mineralischen Partikeln gefüllt sind.

Die nach diesem Dokument anzuwendenden 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 Massenauflösung von 0,1 µg bis 1 µg, bzw. 0,1 mg bei der Makro-TGA verfügen.

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 2564, *Luft- und Raumfahrt — Kohlenstofffaser-Lamine — Bestimmung der Faser-, Harz- und Porenanteile*

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 Kurzbeschreibung der Messmethodik

Die im folgenden beschriebenen Verfahren, unterteilt in Verfahren A, B und C, 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.

5 Geräte und benötigte Gase

5.1 Geräte für alle Verfahren

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

5.1.2 Dichtebestimmungsvorrichtung, mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,1$ mg.

5.1.3 Kammerofen, mit Luftumwälzung und Temperatursteuering.

5.1.4 Pinzette

5.2 Geräte für Verfahren A und Verfahren B

5.2.1 TGA-Prüfgerät mit einer Wäge-Fehlergrenze von ± 1 μ g oder besser.

5.2.2 Aluminiumoxidtiegel mit einem Volumen von mindestens 600 μ l und einem empfohlenen Volumen von 900 μ l.

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

5.3 Geräte für Verfahren C

5.3.1 Makro-TGA-Prüfgerät mit einer Wäge-Fehlergrenze von ± 100 μ g oder besser.

5.3.2 Aluminiumoxidtiegel mit einem Volumen von mindestens 15 ml und einem empfohlenen Volumen von 20 ml.

5.3.3 Gaskontroller mit einem einstellbaren Bereich: 3,5 l/min bis 10 l/min und einem Anschluss an eine Druckluftleitung.

5.4 Analysengas für Verfahren A

5.4.1 Stickstoff mit einer Reinheit von 99,99 %.

5.5 Analysengas für Verfahren B

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

5.6 Analysengas für Verfahren C

5.6.1 Außenluft, getrocknet und komprimiert.

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 müssen mindestens drei Probekörper verwendet werden.

7 Arbeits-, Gesundheits- und Umweltschutz

WARNUNG — Bei der Zersetzung von Faserverbundwerkstoffen können gesundheitsschädliche Gase aus der TGA austreten. Dieses Dokument nimmt nicht in Anspruch, alle Sicherheitsaspekte, die bei ihrer Anwendung auftreten können, aufzuzeigen. Zu betrieblichen Sicherheitsanforderungen existieren nationale und europäische Vorschriften und Regelungen.

8 Vorbehandlung und Prüfklima

8.1 Dichtebestimmung

Die Dichte der Prüfkörper ist nach DIN EN ISO 1183-1, Verfahren A, zu bestimmen. Hat der Probekörper nicht die erforderliche Mindestmasse, ist die Prüfung mit den sich daraus ergebenden Abweichungen nach DIN EN ISO 1183-1 durchzuführen. Diese Abweichungen müssen im Prüfbericht vermerkt werden.

8.2 Konditionierung: Trocknung

Die Prüfkörper müssen nach der Dichtebestimmung über eine Dauer von 2 h mit Luftumwälzung bei 120 °C getrocknet werden.

8.3 Zeitspanne zwischen Vorbehandlung und Prüfung

Nach erfolgter Trocknung müssen die Proben innerhalb von 24 h geprüft werden. Die Lagerung bis zur Prüfung auf einem automatischen Probenwechsler ist zulässig. Sollte diese Wartezeit überschritten werden, müssen die Probekörper vorzugsweise in einer luftdicht verschlossenen Plastiktüte oder in einem anderen geeigneten Gefäß luftdicht bis zur Prüfung aufbewahrt werden.

9 Verfahren A: Thermogravimetrische Analyse unter Stickstoffatmosphäre mit Korrekturfaktor

9.1 Allgemeines

Das Verfahren A eignet sich für alle Arten von separat vorliegenden kohlenstofffaser- oder glasfaserverstärkten Laminaten, aber entsprechend nicht für Mischungen aus beiden Fasertypen. Die Zersetzung der Matrix findet unter Stickstoffatmosphäre statt. Das Matrixsystem zersetzt sich bei fehlender Oxidation durch Sauerstoff bis auf einen konstanten Aschereststoffanteil. Dieser ist für die Matrix des Laminates ein charakteristischer und konstanter Wert. Er ist einmalig für jedes Matrixsystem zur Bestimmung des Korrekturfaktors zu ermitteln. Es werden die gleichen Prozessparameter bezüglich der Temperatur und Spülgasströme wie für die Lamine verwendet. Der aus dem festen Rückstand ermittelte Korrekturfaktor fließt in die Berechnung der Matrixmasse ein und bestimmt ihren realen Massenanteil.

Liegt die Matrix, wie z. B. bei Prepregs, nicht separat vor, so darf ausgeschwemmtes Material aus den Randbereichen des gefertigten Bauteils für die Prüfung entnommen werden.

9.2 Eigenschaften der Probekörper

Die Geometrie der Probekörper ist nicht determiniert. Von Vorteil sind rechteckige Proben mit einer Größe von 7 mm × 7 mm und einer Dicke von 2 mm bis 5 mm. Die Gesamtmasse einer Probe liegt im Bereich von 120 mg bis 450 mg.

Die Einwaage der Matrix sollte bei Verwendung von 900-µl-Tiegeln 60 mg bis 80 mg betragen, für kleinere Tiegel muss die Masse entsprechend prozentual verringert werden. Die Einwaagen müssen gering gehalten werden, da Harzsysteme unter Stickstoffatmosphäre zum Aufschäumen neigen können.