

DIN EN 6041

ICS 49.025.01

**Luft- und Raumfahrt –
Nichtmetallische Werkstoffe –
Prüfverfahren – Analyse von nichtmetallischen Werkstoffen (ungehärtet)
mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC);
Deutsche und Englische Fassung EN 6041:2018**

Aerospace series –
Non-metallic materials –
Test method – Analysis of non-metallic materials (uncured) by Differential Scanning
Calorimetry (DSC);
German and English version EN 6041:2018

Série aéronautique –
Matériaux non métalliques –
Méthode d'essai – Analyse Enthalpique Différentielle (AED) des matériaux non métalliques
(non polymérisés);
Version allemande et anglaise EN 6041:2018

Gesamtumfang 27 Seiten

DIN-Normenausschuss Luft- und Raumfahrt (NL)

Nationales Vorwort

Der Verband der Europäischen Luft-, Raumfahrt- und Verteidigungsindustrie Normung (ASD-STAN) ist vom Europäischen Komitee für Normung (CEN) für zuständig erklärt worden, Europäische Normen (EN) für das Gebiet der Luft- und Raumfahrt auszuarbeiten. Durch die Vereinbarung vom 3. Oktober 1986 wurde ASD Assoziierte Organisation (ASB) des CEN.

Das vorliegende Dokument (EN 6041:2018) wurde von ASD STAN, Fachbereich Werkstoffe, unter Mitwirkung deutscher Experten des DIN-Normenausschusses Luft- und Raumfahrt (NL) erarbeitet.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 131-02-01 AA „Verbundwerkstoffe“ im DIN-Normenausschuss Luft- und Raumfahrt (NL).

Entsprechend Beschluss 57/9 des Technischen Ausschusses des Beirats des DIN-Normenausschusses Luft- und Raumfahrt (NL) sind die europäischen Luft- und Raumfahrt-Normungsergebnisse zweisprachig, in Deutsch und Englisch, in das Deutsche Normenwerk zu überführen. Aus diesem Grund wurde der Deutschen Fassung dieses Dokuments die Englische Fassung hinzugefügt.

Deutsche Fassung

Luft- und Raumfahrt —
Nichtmetallische Werkstoffe —
Prüfverfahren —
Analyse von nichtmetallischen Werkstoffen (ungehärtet)
mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC)

Aerospace series —
Non-metallic materials —
Test method —
Analysis of non-metallic materials (uncured) by
Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Série aérospatiale —
Matériaux non métalliques —
Méthode d'essai —
Analyse Enthalpique Différentielle (AED) des matériaux
non métalliques (non polymérisés)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 28. August 2017 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Symbole und Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens	5
5 Bezeichnung des Verfahrens	5
6 Prüfgerät	5
7 Probekörper	6
8 Durchführung	7
9 Auswertung	8
10 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Geräte	12
A.1 Mettler TA 3000/TA 2100 — DSC 20/DSC 30	12
A.2 DuPont 9900	12
A.3 Perkin Elmer DSC 2/DSC 4/DSC 7	12

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 6041:2018) wurde vom Verband der Europäischen Luft-, Raumfahrt- und Verteidigungsindustrie – Normung (ASD-STAN) erstellt.

Nachdem Umfragen und Abstimmungen entsprechend den Regeln dieses Verbandes durchgeführt wurden, hat diese Norm die Zustimmung der nationalen Verbände und offiziellen Behörden der Mitgliedsländer der ASD erhalten, bevor sie CEN vorgelegt wurde.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juli 2018, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juli 2018 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Dieses Prüfverfahren legt eine Methode zur Bestimmung der Härtungscharakteristik und der Glasübergangstemperatur von nichtmetallischen Werkstoffen (z. B. Prepreg- und Reinharz-Systeme, Klebstoffe) für die Luft- und Raumfahrt mittels der dynamischen Differenzkalorimetrie (en: Differential Scanning Calorimeter, DSC) fest.

Die anhand dieses Verfahrens erzielten Ergebnisse dürfen herangezogen werden für:

- Ableitung des optimalen Härtungszyklus (nur im Zusammenhang mit anderen Verfahren, z. B. T_g -Bestimmung);
- Bestimmung des Harzzustandes;
- Beurteilung des Harz-Auslagerungsverhaltens.

Diese Europäische Norm enthält keine Anweisungen in Bezug auf die einzuhaltenden Gesundheits- und Sicherheitsanforderungen. Es ist die Verantwortung des Anwenders dieser Europäischen Norm, die jeweils erforderlichen Gesundheits- und Sicherheitsvorkehrungen zu treffen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

EN 2331, *Luft- und Raumfahrt — Glasfilament-Prepreg — Prüfmethode zur Bestimmung des Harz- und Faseranteils sowie der flächenbezogenen Fasermasse*

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

EN 2743, *Luft- und Raumfahrt — Faserverstärkte Kunststoffe — Standardverfahren für Vorbehandlung vor der Prüfung von nicht gealterten Werkstoffen*

3 Symbole und Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Symbole und Begriffe.

Bei nicht-idealem Kurvenverlauf oder unterschiedlichen Gerätetypen ist die Bestimmung dieser Parameter zwischen Hersteller und Käufer zu vereinbaren.

3.1

Härtungsreaktion (siehe Bild 3)

θ ist die Heizrate, in °C/min oder °K/min

T_{os} ist die Onsettemperatur, in °C oder °K

T_p ist die Temperatur des Peak-Maximums, in °C oder °K

ΔH ist die Reaktionsenthalpie, in J/g

ΔH_{100} ist die auf einen Harzanteil von 100 % korrigierte Reaktionsenthalpie, in J/g

3.2

Kalibrierung (siehe 6.5)

T_m ist die Schmelztemperatur, in °C oder °K

ΔH_m ist die Schmelzenthalpie, in J/g

3.3

Glasübergang (siehe Bild 2)

Tg_{os} ist die Onsettemperatur des Übergangsbereiches, in °C oder °K

Tg_e ist die Endtemperatur des Übergangsbereiches, in °C oder °K

Tg ist die Glasübergangstemperatur, in °C oder °K

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Anhand der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) werden die Temperaturen und der Wärmestrom bei Werkstoffübergängen in Abhängigkeit von der Zeit und der Temperatur gemessen.

5 Bezeichnung des Verfahrens

Die Bezeichnung des verwendeten Verfahrens ist nach folgendem Beispiel aufzubauen:

Benennungsblock	Identifizierungsblock
ANALYSE VON NICHTMETALLISCHEN WERKSTOFFEN (UNGEHÄRTET) MITTELS DYNAMISCHER DIFFERENZKALORIMETRIE (DSC)	EN 6041
Nummer dieser Norm	

6 Prüfgerät

6.1 Die Messung ist in einem dynamischen Differenzkalorimeter (DSC) durchzuführen, das innerhalb der in dem Prüfverfahren festgelegten Grenzen betrieben werden kann.

Entsprechende Geräte sind in Anhang A dieser Europäischen Norm aufgeführt.

Wenn Hersteller und Käufer unterschiedliche DSC-Geräte verwenden, muss eine Gegenkontrolle zum Vergleich der Prüfergebnisse erfolgen.

6.2 Waage mit einer Fehlergrenze von 0,01 mg.

6.3 Hilfsmittel wie scharfes Messer und Pinzette.

6.4 Stickstoff (trocken, Reinheit mindestens 99,99 %).

6.5 Kalibrierung

Das Gerät ist mit einer Reinindiumprobe zu überprüfen, um während der Versuchsdurchführung eine Temperaturgenauigkeit von $\pm 0,5$ °C und eine Wärmemesspräzision von 1 % aufrechtzuerhalten. Temperatur- und Messzellenkonstante sind periodisch mit Reinproben der in Tabelle 1 aufgeführten Substanzen zu kalibrieren (Art und Werte nach den Empfehlungen des DSC-Geräteherstellers).

Die Temperaturkalibrierung ist mit zwei oder vorzugsweise drei Substanzen in dem interessierenden Temperaturbereich vorzunehmen.

Der Betrieb bei Tieftemperatur muss durch Anwendung von entsprechendem Zubehör erfolgen, das speziell für den Einsatz mit dem jeweils verwendeten Gerät vorgesehen ist (siehe Abschnitt 8).

Für den Tieftemperaturbetrieb ist auch Eis (H_2O oder Cyclohexan) zur Kalibrierung zu verwenden (die Starttemperatur muss unter -40 °C liegen).

Die Heizrate für die Kalibrierung muss dieselbe sein, wie sie für die anschließenden Versuche verwendet wird, d. h. 10 °C/min für Standardmessungen (siehe Abschnitt 8).

Die Gerätekalibrierung muss mit der gleichen Probentiegelart, dem gleichen Spülgas/Spülgasfluss und mit Proben von annähernd gleicher Wärmekapazität wie in den anschließenden Versuchen durchgeführt werden.

Basisline und Messzelle müssen periodisch überprüft werden (Zeitabstand nach Absprache zwischen den Parteien). Die Basisliniendrift für ein Paar Leertiegel oder Tiegel mit einer inerten Substanz darf in dem Bereich zwischen -50 °C und 300 °C einen Wert von $1,0\text{ mW}$ nicht überschreiten.

7 Probekörper

7.1 Herstellung

7.1.1 Allgemeines

Die Probekörper sind entsprechend dem in der Werkstoffnorm festgelegten Probenahmeverfahren zu entnehmen.

Jede Probe muss in etwa einem Reinharzäquivalent von 7 mg bis 10 mg entsprechen (zum Beispiel 20 mg Prepreg). Bei extremer Reaktionsenthalpie darf die Stoffprobengröße angeglichen werden, um annehmbare Kurven in dem Diagramm zu erzielen.

Die Probenmasse ist auf $0,01\text{ mg}$ genau zu bestimmen (siehe 6.2). Bei quantitativen Messungen muss ΔH auf einen Harzanteil von 100% (ΔH_{100}) korrigiert werden; der Harzanteil ist mit den Prüfverfahren nach 7.1.2 bzw. 7.1.3 zu bestimmen.

Mindestens zwei Probekörper sind für Standardmessungen (z. B. Abnahmekontrolle) zu verwenden. Zur Bestimmung von Standardabweichungen werden mindestens sechs Probekörper benötigt (d. h. Qualifikationsprüfprogramme).

7.1.2 Bestimmung des effektiven Faser/-Harzanteiles

Kohlenstofffaser-Verbundstoff: nach EN 2559;

Glasfaser-Verbundstoff: nach EN 2331;

Aramidfaser-Verbundstoff: nach EN 2559, aber unter Verwendung von HNO_3/DMSO .

Ist ein unlöslicher Füllstoff vorhanden (wie beispielsweise SiO_2), ist dieser (nach Entfernen der Fasern) durch Zentrifugieren getrennt zu bestimmen; seine Masse muss zu dem Anteil des Verstärkungsstoffes addiert werden.

7.1.3 Bestimmung des effektiven Träger-/Harzanteiles bei Klebstoffen

Übliches Extraktionsverfahren: Verwendung eines Ultraschallbades und eines geeigneten Lösemittels, wie z. B. DMF, DMSO, NMP.

Die Trägermasse ist zu bestimmen, nachdem zweimal mit Lösemitteln wie Aceton oder MEK durchgespült und sorgfältig getrocknet wurde.

Ist ein unlöslicher Füllstoff vorhanden, ist dieser (nach Entfernen des Trägers) durch Zentrifugieren getrennt zu bestimmen; seine Masse muss zu dem Anteil des Verstärkungstoffes addiert werden.

Effektiver Harzanteil: $m_{\text{harz}} = m_{\text{klebstoff}} - m_{\text{träger}}$

7.2 Konditionierung

7.2.1 Werkstoff, der bei Raumtemperatur gelagert wird

Wenn nicht anders festgelegt, muss bei Werkstoff, der bei Raumtemperatur gelagert wird, die für die Prüfung erforderliche Menge (mit der darauf befindlichen Trennfolie) entnommen und mindestens 2 h in dem (in EN 2743 festgelegten) Normalklima konditioniert werden.

7.2.2 Werkstoff, der bei Temperaturen unterhalb der Raumtemperatur gelagert wird

Werkstoff, der bei Temperaturen unterhalb der Raumtemperatur gelagert wird, muss, zur Verhinderung von Feuchtaufnahme in geeigneten luftdichten Beuteln (die ein geeignetes Trockenmittel enthalten) verpackt, über eine Zeitspanne, die von der Masse der Packungseinheit abhängig ist, an die Raumtemperatur angeglichen werden.

Die tatsächliche Zeit ist im Bericht anzugeben. Hat der Werkstoff Raumtemperatur erreicht, muss die für die Prüfung erforderliche Menge (mit der darauf befindlichen Trennfolie) entnommen und, wenn nicht anders festgelegt, mindestens 2 h in dem (in EN 2743 festgelegten) Normalklima konditioniert werden.

7.2.3 Normalklima für die Prüfung

Die Prüfvorrichtung muss sich in einem Raum von $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ und $(50 \pm 5)\%$ relativer Luftfeuchte (Bedingungen B nach EN 2743) befinden. Das tatsächliche Prüfklima wird innerhalb der Vorrichtung kontrolliert.

7.2.4 Zeitspanne zwischen Konditionierung und Prüfung

Wenn nicht anders festgelegt, ist die Prüfung innerhalb von 6 h nach dem Konditionieren durchzuführen, wobei die Probe bis zur Prüfung im Normalklima verbleibt.

8 Durchführung

Die Probe ist in einen Probentiegel einzubringen, wobei ein guter thermischer Kontakt mit dem Tiegel sicherzustellen ist. Der Deckel ist fest aufzudrücken, aber nicht hermetisch zu verschließen, um einen Druckaufbau zu verhindern. Die beiden Tiegel mit Probe und Referenzsubstanz werden in die Messzelle des DSC-Gerätes eingesetzt (siehe 6.1), das System wird geschlossen und mit reinem, trockenem Stickstoff durchgespült (Durchfluss vorzugsweise 20 ml/min bis 30 ml/min). Ist eine Tg-Bestimmung des Harzes gefordert, ist die Zelle rasch auf eine Temperatur unterhalb der Starttemperatur (siehe unten) abzukühlen.