

**DIN 16459**

ICS 83.120

Einsprüche bis 2019-01-02

**Entwurf****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)

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-11-02 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter [www.din.de/go/entwuerfe](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [fnk@din.de](mailto:fnk@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 14 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

## Inhalt

|                                                                                                                 | Seite |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Vorwort .....                                                                                                   | 3     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                                                       | 4     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                                                  | 4     |
| 3 Begriffe .....                                                                                                | 4     |
| 4 Beschreibung der Messmethodik .....                                                                           | 4     |
| 5 TGA-Gerätetypen .....                                                                                         | 4     |
| 5.1 Verfahren A und Verfahren B .....                                                                           | 4     |
| 6 Allgemeines Zubehör .....                                                                                     | 5     |
| 7 Probekörper .....                                                                                             | 5     |
| 7.1 Lamine .....                                                                                                | 5     |
| 7.2 Anzahl und Verteilung .....                                                                                 | 5     |
| 8 Arbeits-, Gesundheits- und Umweltschutz .....                                                                 | 5     |
| 9 Vorbehandlung und Prüfklima .....                                                                             | 5     |
| 9.1 Dichtebestimmung .....                                                                                      | 5     |
| 9.2 Konditionierung: Trocknung .....                                                                            | 5     |
| 9.3 Zeitspanne zwischen Vorbehandlung und Prüfung .....                                                         | 5     |
| 10 Verfahren A: TGA-Analyse unter Stickstoffatmosphäre mit Korrekturfaktor .....                                | 6     |
| 10.1 Allgemeines .....                                                                                          | 6     |
| 10.2 Geometrie der Probekörper .....                                                                            | 6     |
| 10.2.1 Laminat .....                                                                                            | 6     |
| 10.2.2 Matrix .....                                                                                             | 6     |
| 10.3 Versuchsdurchführung .....                                                                                 | 6     |
| 10.3.1 Positionieren der Probe im Tiegel .....                                                                  | 6     |
| 10.3.2 Prozessparameter .....                                                                                   | 6     |
| 10.4 Ermittlung des Korrekturfaktors zur Bestimmung des realen Matrixgewichtes unter Stickstoffatmosphäre ..... | 7     |
| 10.5 Ermittlung des Faservolumengehaltes an Laminaten .....                                                     | 8     |
| 10.5.1 Allgemeines .....                                                                                        | 8     |
| 10.5.2 Matrixmasse .....                                                                                        | 8     |
| 10.5.3 Fasermasse .....                                                                                         | 8     |
| 10.5.4 Faservolumengehalt .....                                                                                 | 8     |
| 11 Verfahren B: TGA-Analyse unter synthetischer Luft .....                                                      | 9     |
| 11.1 Allgemeines .....                                                                                          | 9     |
| 11.2 Geometrie der Probekörper .....                                                                            | 9     |
| 11.2.1 Laminat .....                                                                                            | 9     |
| 11.3 Versuchsdurchführung .....                                                                                 | 10    |
| 11.3.1 Positionieren der Probe im Tiegel .....                                                                  | 10    |
| 11.3.2 Prozessparameter .....                                                                                   | 10    |
| 11.4 Ermittlung des Faservolumengehaltes an Laminaten .....                                                     | 10    |
| 11.4.1 Allgemeines .....                                                                                        | 10    |
| 11.4.2 Fasermasse .....                                                                                         | 10    |
| 11.4.3 Faservolumengehalt .....                                                                                 | 11    |
| 12 Präzision .....                                                                                              | 12    |
| 13 Prüfbericht .....                                                                                            | 14    |

## **Vorwort**

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

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

## 1 Anwendungsbereich

Diese Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der Faser- und Matrixmasse ausgehärteter Lamine, in denen Kohlenstofffasern separat oder als Mischung mit Glasfasern enthalten sind. 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 (ISO 1183-1)*

## 3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

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 Laminaten beschrieben sowie von Laminaten 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.

Die TGA bezeichnet Gerätetypen, die standardmäßig für kleine Einwaagen geeignet sind und bei einer maximal möglichen Einwaage von 1 g bis 5 g über eine Gewichtsauflösung von 0,1 µg bis 1 µg verfügen.

## 5 TGA-Gerätetypen

### 5.1 Verfahren A und Verfahren B

**TGA (thermogravimetrisches Analysegerät mit einer Wäge Genauigkeit von  $\pm 1$  µg)**

- Die Größe der Aluminiumoxidtiegel für die TGA ist 900 µl (analog für verringerte Einwaagen minimale Größen bis 600 µl).
- Einstellbarer Gaskontroller (Bereich: 0 ml/min bis 200 ml/min).
- Die Analysengase werden über Druckluftflaschen bereitgestellt (Verfahren A: Stickstoff, Verfahren B: synthetische Luft).

## **6 Allgemeines Zubehör**

- 6.1 Schneidvorrichtung**, z. B. Diamantsäge oder anderes geeignetes Gerät.
- 6.2 Analysenwaage**, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.
- 6.3 Kammerofen**, mit Luftumwälzung und Temperatursteuerung.
- 6.4** Vorrichtung zur normgerechten Bestimmung der Dichte.
- 6.5 Pinzette**.
- 6.6 Stickstoff und synthetische Luft**, mit einer Reinheit von 99,99 % oder Druckluftanschluss.

## **7 Probekörper**

### **7.1 Laminate**

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.

Es dürfen abweichende Probengeometrien verwendet werden, wenn diese den kompletten Bauteilquerschnitt beinhalten und aus einem festen Teilstück bestehen.

### **7.2 Anzahl und Verteilung**

Für die Faservolumengehaltsbestimmung sind mindestens drei Probekörper zu verwenden. Je nach eingesetztem Verfahren sind die unterschiedlichen Probengeometrien zu berücksichtigen.

## **8 Arbeits-, Gesundheits- und Umweltschutz**

Bei der Pyrolyse von Faserverbundwerkstoffen können gesundheitsschädliche Gase aus der TGA austreten. Der Anwender trägt die Verantwortung entsprechende Sicherheits- und Gesundheitsvorkehrungen zu treffen und gesetzliche Auflagen einzuhalten.

## **9 Vorbehandlung und Prüfklima**

### **9.1 Dichtebestimmung**

Die Dichte der Prüfkörper ist nach DIN EN ISO 1183-1 Verfahren A zu bestimmen. Hat der Probekörper nicht das erforderliche Mindestgewicht, ist die Prüfung in Anlehnung an diese Norm durchzuführen. Im Protokoll ist ein entsprechender Hinweis zu vermerken.

### **9.2 Konditionierung: Trocknung**

Die Prüfkörper sind nach der Dichtebestimmung zwei Stunden in einem mit Luftumwälzung temperierten Ofen bei 120 °C zu trocknen.

### **9.3 Zeitspanne zwischen Vorbehandlung und Prüfung**

Nach erfolgter Trocknung sind die Proben zeitnah zu prüfen, wobei die Lagerung bis zur Prüfung auf einem automatischen Probenwechsler zulässig ist. Bei längeren Wartezeiten sind die Probekörper vorzugsweise in einer luftdicht verschlossenen Plastiktüte oder in einem anderen geeigneten Gefäß luftdicht bis zur Prüfung aufzubewahren.