

DIN EN 6040

ICS 49.025.40

Einsprüche bis 2017-07-05

Entwurf

**Luft- und Raumfahrt –
Nichtmetallische Werkstoffe –
Prüfverfahren – Analyse von Duromersystemen mittels
Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC);
Deutsche und Englische Fassung FprEN 6040:2017**

Aerospace series –

Non-metallic materials –

Test method – Analysis of thermoset systems by High Performance Liquid Chromatography (HPLC);

German and English version FprEN 6040:2017

Série aérospatiale –

Matériaux non métalliques –

Méthode d'essai – Analyse des systèmes thermodurcissables par Chromatographie en phase Liquide Haute Performance (CLHP);

Version allemande et anglaise FprEN 6040:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-05-05 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 bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nl@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Luft- und Raumfahrt (NL), 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 25 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 (FprEN 6040:2017) wurde von ASD-STAN, Fachbereich Werkstoffe und Verfahren, 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.

Es wird darauf hingewiesen, dass auf Grund der Verfahrensweise zur Normenerstellung bei ASD-STAN dieser Norm-Entwurf E DIN EN 6040 ausschließlich der formellen Annahme der deutschen Sprachfassung von EN 6040 dienen kann. Im Rahmen dieser Umfrage sind daher ausschließlich redaktionelle Stellungnahmen zur deutschen Übersetzung möglich.

Luft- und Raumfahrt — Nichtmetallische Werkstoffe — Prüfverfahren — Analyse von Duromersystemen mittels Hochleistungs- Flüssigkeitschromatographie (HPLC)

*Série aéronautique — Matériaux non métalliques — Méthode d'essai — Analyse des systèmes thermodurcissables par
Chromatographie en phase Liquide Haute Performance (CLHP)*

*Aerospace series — Non-metallic materials — Test method — Analysis of thermoset systems by High Performance
Liquid Chromatography (HPLC)*

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: formelle Abstimmung
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe und Abkürzungen	4
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens	5
5 Bezeichnung des Verfahrens	5
6 Prüfgerät	5
7 Probekörper	6
8 Durchführung	8
9 Auswertung	9
10 Prüfbericht	10

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (FprEN 6040:2017) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur formellen Abstimmung vorgelegt.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Zusammensetzung (Harz, Härter/Katalysator, Reaktionsmittel, Modifizierungsmittel) der löslichen Komponenten von Duromersystemen mit oder ohne Verstärkung im ungehärteten Zustand mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC, en: High Performance Liquid Chromatography) fest.

Dieses Verfahren gilt für:

- faserverstärkte Matrixsysteme (wie z. B. Prepreg);
- Reinharzsysteme (wie z. B. Klebfolien, Laminiersysteme und Komponenten wie Härter und Epoxidharze);
- Schlichte- bzw. Präparationssysteme.

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

Diese Norm enthält Festlegungen bzw. Angaben, die mit einem Stern (*) gekennzeichnet sind. Diese sind typische Festlegungen bzw. Angaben und müssen in der zugehörigen Norm, die auf die vorliegende Prüfung verweist, präzisiert sein.

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 Faseranteiles sowie der flächenbezogenen Fasermasse*

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

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

3 Begriffe und Abkürzungen

HPLC	Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (en: High Performance Liquid Chromatography)
istd	interner Standard (en: internal standard)
DAD	Photodioden-Detektor (en: diode array detector)
s	Standardabweichung (en: standard deviation)
cv	Variationskoeffizient (en: coefficient of variation)
X'	Wert mit der stärksten Abweichung vom Mittelwert (Grubbs) (en: value with the biggest difference to mean value (Grubbs))

CH ₃ CN	Acetonitril (en: acetonitrile)
DMF	Dimethylformarnid (en: dimethylformamide)
DMS	Dimethylsulfoxid (en: dimethyl sulfoxide)
HNO ₃	Salpetersäure (en: nitric acid)
MEK	2-Butanon (en: 2 – butadone)
NMP	N-Methylpyrrolidin (en: N – methylpyrrolidone)

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

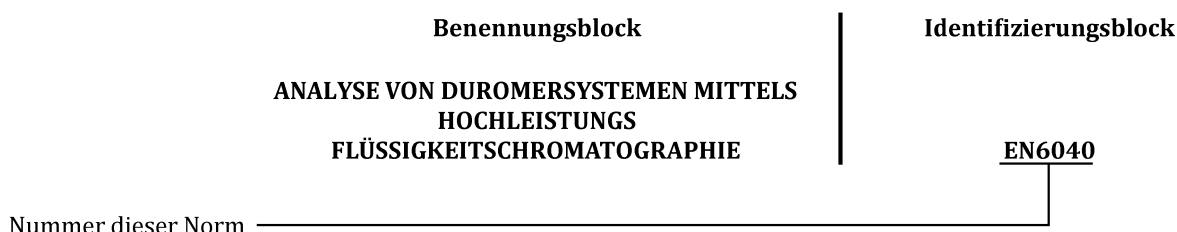
Das HPLC-Verfahren besteht im Allgemeinen darin:

- zuerst die Komponenten ungehärteter organischer Polymer-Matrixsysteme (niedermolekularer Massebereich — Vorpolymere) zu trennen;
- und dann die löslichen Komponenten mittels UV-Detektion, ausgedrückt in Retentionszeiten und integrierten Peakflächen, nachzuweisen.

Eine Identifizierung — sowohl qualitativ als auch quantitativ — erfolgt durch Kalibrierung mit den einzelnen Komponenten entsprechend den Festlegungen in der zugehörigen Norm, die auf diese Prüfung verweist.

5 Bezeichnung des Verfahrens

Die Bezeichnung des verwendeten Verfahrens ist nach folgendem Beispiel aufzubauen:



6 Prüfgerät

Bei den mit einem Stern * gekennzeichneten Festlegungen/Angaben, siehe 1.

6.1 HPLC-Gerät

Die Prüfung ist mit einem HPLC-Gerät durchzuführen, das innerhalb der in diesem Verfahren genannten Grenzen betrieben werden kann.

6.2 Trennsäule

Das Trennen der Komponenten ist mit einer mit einem Phasenumkehr-Material gefüllten Stahlsäule durchzuführen. Eine vorgeschaltete Säule kann verwendet werden, ist jedoch nicht zwingend vorgeschrieben.

- Säulenmaße: (4,6 mm × 200 mm)*;
- Trennmaterial: RP8*, 5 µm*;

- die Trennleistung muss dem Chromatogramm in der zugehörigen Norm, die auf diese Prüfung verweist, vergleichbar sein, einschließlich Selektivitätsmuster.

6.3 UV-Detektor

Der Nachweis der Komponenten muss über einen UV-Detektor erfolgen.

Das UV-Detektorsystem muss einen Bereich von 200 nm bis 400 nm abdecken. Vergleichbare Ergebnisse können im Allgemeinen nur mittels Photodioden-Detektion (DAD) erzielt werden, Ausnahmen sind eventuell bei einigen Sonderfällen möglich*.

6.4 Injektionssystem

Die Injektion muss vorzugsweise mit einem automatischen System erfolgen, um vergleichbare Injektionsvolumina sicherzustellen.

6.5 Kalibrierung

Das Gerät ist anhand der internen Standard-Technik (istd), sofern vorhanden, zu kalibrieren. Ansonsten ist eine Kalibrierung mit externen Standards vorzunehmen, und zwar mit drei Komponentenkonzentrationen in unterschiedlichen Lösungen, die den analytisch zu erfassenden Bereich abdecken.

Vor Beginn der eigentlichen Analyse müssen die Parteien anhand einiger Proben nachweisen, dass gleichwertige Ergebnisse (Vergleichspräzision) erzielt werden können. Die Parameter für das Kalibrierverfahren sind zwischen den Parteien abzusprechen.

Eine Bezugskurve mit festen Integrationspunkten muss als Vergleichsbasis dienen.

Die Lebensdauer der Säule ist anhand der Auflösung einiger charakteristischer Peaks oder der Plattennummer als Leistungskenngröße zu bestimmen.

Es empfiehlt sich, für unterschiedliche Harze getrennte Säulen zu verwenden.

7 Probekörper

Bei den mit einem Stern * gekennzeichneten Festlegungen/Angaben, siehe 1.

7.1 Faserverstärkte Matrixsysteme, Klebfolien und Reinharzsysteme

Es ist eine Probe mit einem Reinharzanteil von annähernd 250 mg zu entnehmen, errechnet aus dem effektiven Faser- oder Trägeranteil.

Mit einem Maximum von 250 ml Lösemittel extrahieren, das in einem Messkolben bei 20 °C angesetzt ist.

Lösemittel: CH₃CN*, HPLC-Qualität mit einem internen Standard (istd) = 0,2 mg/ml di-n-butyl-phthalat*.

Extraktionsbedingungen: 30* Minuten Ultraschallbad bei Raumtemperatur* oder gleichwertiger Arbeitsgang (Schüttelvorrichtung).

Die Extraktion muss in mehreren Arbeitsgängen erfolgen, um alle niedermolekularen Komponenten vollständig aufzulösen, d. h. erster Arbeitsgang mit 100 ml, gefolgt von einem weiteren Arbeitsgang mit 100 ml. Der Extrakt ist zuerst durch ein Teflon*-Filter mit großem Porendurchmesser zu filtrieren, dann ist bis zu dem geforderten Volumen von 250 ml in einem kalibrierten Messkolben aufzufüllen. Vor der Injektion ist der für die Analyse zu verwendende Teil der Lösung durch ein Teflon*-Filter mit einem Porendurchmesser von 0,45 µm oder 0,22 µm (HPLC-Lösung) zu filtrieren.