

› Kunststoffe verstehen

Polymeranalytik vom Feinsten

Zur Ergänzung der bisherigen Schwerpunkte Bauteilauslegung, Werkzeugtechnik und Produktionstechnik wurde am IWK der Bereich um die Werkstoff- und Bauteilprüfung um einige polymeranalytische Methoden erweitert. Ziel ist es, den Kooperationspartnern die Möglichkeit zu wesentlich umfangreicheren Prüfmöglichkeiten zu geben, die ihnen erlauben, auf einfache bis komplexe Fragestellungen rund um Werkstoff, Bauteil und Verarbeitung eine Antwort zu erhalten.

› Prof. Dr. Samuel Affolter¹

Instrumentelle polymeranalytische Methoden öffnen den Weg, um Zusammenhänge zwischen physikalisch-mechanischem Verhalten und chemischer Zusammensetzung besser zu verstehen. Dies ist zum Beispiel bei Schadensanalysen relevant, wo insbesondere Ursachen für Schäden ermittelt werden sollten. Auch lassen sich Aussagen zum Langzeitverhalten machen, obwohl unter Umständen visuell noch gar kein Effekt erkennbar ist. In diesem Beitrag werden die verfügbaren Methoden kurz erläutert und anhand einiger Anwendungsbeispiele deren Nützlichkeit aufgezeigt.

Methoden

Wie in einem forensischen Labor werden anhand hochsensitiver Methoden Materialien quasi bis auf ihre Grundbausteine hin «seziert». Die Polymeranalytik setzt Methoden zur Visualisierung (Mikroskopie, Computertomografie, Mikroanalytik) und zur chemischen Analyse (Spektrometrie, Thermoanalyse) ein. Im Folgenden sind die wichtigsten Systeme kurz erläutert:

- Anhand geeigneter Präparate (Dünnschnitte, Dünnschliffe) lassen sich unter dem Transmissions-Lichtmikroskop mit Polarisations-Kontrastierung Informationen zum Gefüge ableiten, die Hinweise auf Material-, Konstruktions- oder Verarbeitungsfehler geben. Bild 1 zeigt beispielhaft eine dicke Spritzhaut mit ausgeprägter Scherzone (nicht, bzw. nur teilweise ausgebildete Sphärolithe an der Oberfläche), die auf eine zu kalte

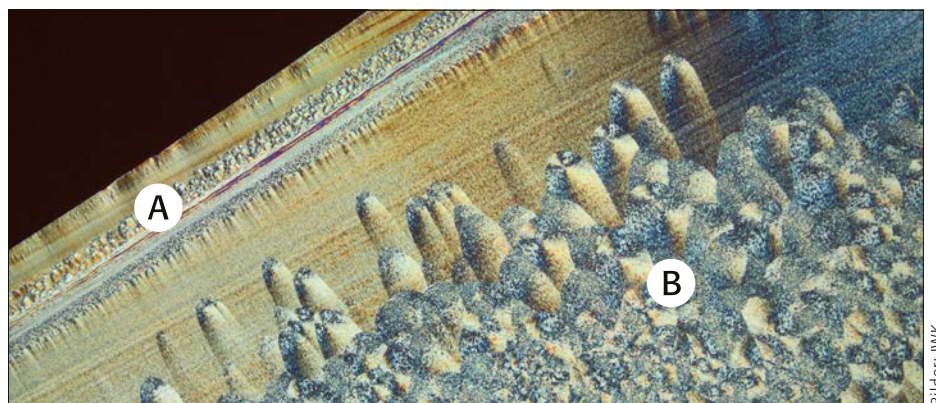


Bild 1: Gefügebild eines Querschnitts durch ein spritzgegossenes POM-Bauteil; A gescherte Randzone, B Bauteilseele

Werkzeugtemperatur beim Spritzgießen hinweisen.

- Zur 3D-Visualisierung wird die Computertomografie CT eingesetzt. Hiermit können Materialkontraste durch Fasern (Visualisierung der Faserrichtung), Löcher (Gasblasen, Schwundvakuolen, Schaumstrukturen) und Einschlüsse (Fremdmaterial) im Bauteil ohne Zerstörung gefunden werden. Die lokale Auflösung beträgt einige μm und hängt stark von der Probengröße ab. Auch eignet sich die Methode zur geometrischen Ausmessung, um z.B. Soll-Ist-Vergleiche machen zu können. Bild 2 visualisiert einen Ausschnitt eines geschäumten Faserverbundwerkstoffs, bei welchem anschliessend durch Bildverarbeitung Fasern und Poren aufgetrennt wurden.
- Um die chemischen Bestandteile von Werkstoffen in lokaler Auflösung bis zu wenigen μm z.B. bei Einschlüssen zu analysieren, verwendet man mikroanalytische Methoden wie die FTIR-Mikroskopie oder die Rasterelektronenmikroskopie REM, die mit einem energiedispersi-

ven Röntgendetektor EDX gekoppelt ist. Bei der FTIR-Mikroskopie werden insbesondere organische Strukturelemente durch Absorption von Infrarotlicht identifiziert, wie sie in Makromolekülen und vielen Additiven vorkommen. FTIR-Spektren von Probestücken können im Anschluss anhand verfügbarer Datenbanken gecheckt werden; oft können so auch komplexere Mischungen, z.B. Polymerblends oder additivierte Werkstoffe hinsichtlich der wichtigsten Komponenten identifiziert werden. Das REM selber erlaubt Bildaufnahmen mit unübertroffener Tiefenschärfe (Sekundärelektronendetektor) oder mit Materialkontrast (Rückstreudetektor); der zusätzliche EDX-Detektor erlaubt die lokal aufgelöste Analyse von fast allen Elementen des Periodensystems (ab Ordnungszahl 6, Kohlenstoff); hiermit lassen sich insbesondere die anorganischen Bestandteile (insb. Füllstoffe, anorganische Fasern, Flammschutzmittel u.a.m.) von Polymerwerkstoffen identifizieren und halbquantitativ bestimmen.

¹ Prof. Dr. Samuel Affolter, Leiter Polymerchemie am IWK, HSR Rapperswil

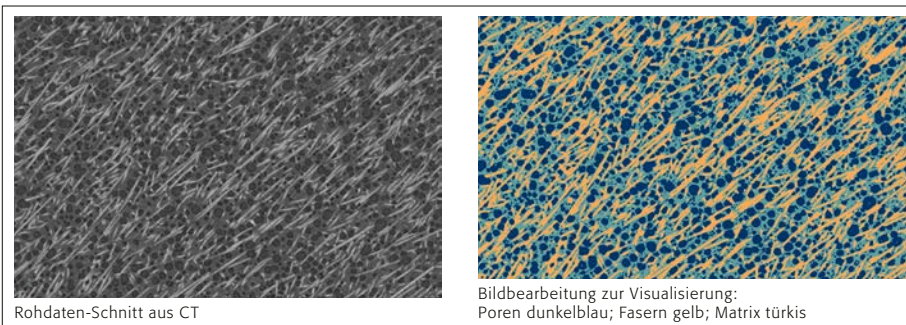


Bild 2: Schaum- und Faserverteilung in geschäumtem Faserverbund-Kunststoff

Beide Methoden eignen sich für Punkt- und Flächenmessungen bei geeigneten Präparaten. Dadurch lassen sich neben Einschlüssen auch Verteilungsbilder von Copolymeren oder Additiven anfertigen. Bild 3 zeigt ein REM-EDX-Mapping eines präparierten Materialquerschnittes, in welchem lokal die Glasfasern (rot) und das Flammenschutzmittel (elementarer Phosphor, grün) lokalisiert werden können. Es ist auch erkennbar, dass die Phosphorpartikel relativ gross sind und nicht an der Matrix haften, was im Einsatz des Bauteils zu geringerer Festigkeit dessen führte (nicht haftende Teile wirken wie Löcher).

- Das thermische Verhalten von sehr kleinen Kunststoffproben (einige mg) kann auch mit Thermoanalyse charakterisiert werden. Hierzu eignet sich die dynamisch differenzielle Kalorimetrie DSC und die Thermogravimetrie TGA. Anhand der DSC kann der Wärmeinhalt einer Probe charakterisiert werden; typischerweise lassen sich so Phasenübergänge (Glasübergangstemperatur T_g , Kristallitschmelztemperatur T_s), Kristallisationsgrad (bei teilkristallinen Kunststoffen) oder auch chemische Reaktionen (Exothermie bei der Aushärtung von Giessharzen oder Klebstoffen oder

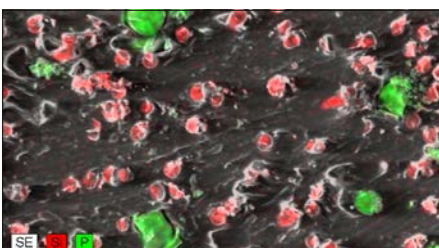


Bild 3: Additivverteilung eines PA6-GF-FR im Bauteil mit REM-EDX-Mapping; rot = Si (von Glasfasern); grün = Phosphor (von Flammenschutzmittel); Hintergrund = Matrix

bei der Zersetzung durch Reaktion mit Sauerstoff) bestimmen.

Anhand der TGA können durch einen kontrollierten Aufheizprozess grobe Angaben zur prozentualen Zusammensetzung von Compounds gemacht werden. So werden u.a. Weichmacher-, Polymer-, Russ- und Füllstoffanteil bereits an sehr kleinen Probenmengen bestimmt. Zusammen mit der FTIR-Spektrometrie sind die DSC und TGA die wohl wichtigsten Methoden zur Identifikation und groben Quantifizierung von Polymercompounds.

Anwendungen

Die neben vielen weiteren Untersuchungsmethoden verfügbaren instrumentellen Techniken erlauben den Einsatz zur Lösung unterschiedlicher Fragestellungen, die am Institut IWK in mannigfaltiger Art immer wieder auftauchen. Die Kür ist, die Methoden richtig zu kombinieren; eine Methode alleine reicht meist nicht aus, um ausreichende Antworten zu liefern. Kunststoffe verstehen heisst, das verfügbare (und vielleicht noch weiteres) Methodenarsenal in den folgenden Segmenten sinnvoll einzusetzen:

- Angewandte Forschung und Entwicklung: Schwerpunkt hier ist, im Rahmen von Werkstoffentwicklungen das erhaltene funktionelle Eigenschaftsprofil durch Polymeranalytik besser zu verstehen. Die richtigen Schlüsse gezogen führt dies zur effizienteren Entwicklung des Endprodukts.
- Schadensanalysen als Quelle des Fortschritts: Ein Ausfall eines schadhafte Bauteils während seines Einsatzes ist immer mit Ärger, Umtrieben und schliesslich auch mit Kosten verbunden, egal ob es sich dabei um spektakuläre,

gar medienwirksame oder nur um unbedeutende Vorfälle handelt. Zuerst gilt es, Ursachen für das Versagen anhand stichhaltiger Messbelege zu finden und je nach Schwere des Falles Verantwortlichkeiten zu definieren. Sind einmal die Ursachen eines Schadens klar, so werden oft nicht nur kurzfristige Massnahmen und Handlungen abgeleitet. Die gewonnenen Erkenntnisse fliessen vielfach in längerfristige Entwicklungs- und Optimierungsprojekte ein.

- Effekte durch Alterung: Oft sind Veränderungen durch den Einsatz visuell nicht erkennbar. Anhand analytischer Methoden erhält man einen guten Einblick in den Zustand. Hat einmal ein Bauteil aufgrund von Wärme, UV-Licht oder Kontakt mit Chemikalien versagt, lassen sich meist auch die Ursachen hierzu ermitteln.
- Benchmarkanalysen: Wer möchte schon nicht wissen, warum die Konkurrenz ein «besseres» Produkt hat. Oder halten sich Geschäftspartner nicht an Abmachungen, was die Qualität des Materials beeinflussen kann? Die Ermittlung der Zusammensetzung von Werkstoffen klärt derartige Fragen.
- Dienstleistungen: Vielleicht sind auch nur Kennwerte wie eine Glasübergangstemperatur gefragt. Oder ein Vergleich zwischen zwei Materiallieferungen. Erhaltene Messergebnisse werden immer auch mit einer Messunsicherheitsangabe versehen.

Ein kleines, langjährig erfahrenes Spezialistenteam im IWK kennt sich mit den oben beschriebenen Methoden gut aus und unterstützt die Kunden entlang der gesamten Wertschöpfungskette, indem sie helfen, die Kunststoffe zu verstehen. Polymeranalytik ist und bleibt spannend und faszinierend, da man Kunststoffe in ihrem Verhalten besser verstehen kann und man fast immer mehrere Methoden kombinieren muss, um zu Lösungen zu kommen.

Kontakt

IWK Institut für Werkstofftechnik und Kunststoffverarbeitung
Oberseestrasse 10
CH-8640 Rapperswil
+41 55 222 47 70
iwk@hsr.ch
www.hsr.ch