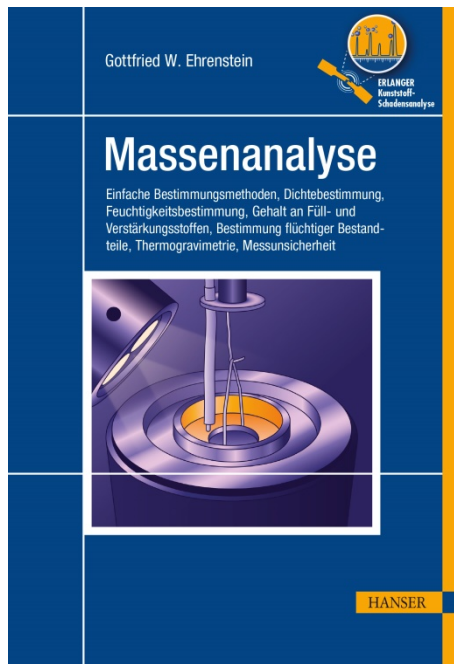


HANSER



Leseprobe

zu

„Massenanalyse“

von Gottfried W. Ehrenstein

Print-ISBN: 978-3-446-46452-0

E-Book-ISBN: 978-3-446-46492-6

Weitere Informationen und Bestellungen unter
<http://www.hanser-fachbuch.de/978-3-446-46452-0>

sowie im Buchhandel

© Carl Hanser Verlag, München

Der Herausgeber

Prof. em. Dr.-Ing. habil. Dr. h. c. Gottfried Wilhelm Ehrenstein wurde 1937 in Danzig geboren und hat nach einem humanistischen Abitur an der Technischen Hochschule Hannover Allgemeinen Maschinenbau studiert. Nach der Promotion (Prof. Matting) arbeitete er 10 Jahre in der Anwendungstechnischen Abteilung Kunststoffe der BASF AG und war gleichzeitig Lehrbeauftragter und nach der Habilitation 1976 Privatdozent der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH, Prof. Macherauch). Von 1977 bis 1989 war er Inhaber des Lehrstuhls für Werkstoffkunde/Kunststoffe der Universität-Gesamthochschule Kassel. Nach Rufen an die TU Harburg, die Montanuniversität Leoben und die TU Berlin war er ab 1989 Professor für Kunststofftechnik des von ihm neu eingerichteten Lehrstuhls der Universität Erlangen-Nürnberg.



(Quelle: LKT Erlangen)

Von 1987 bis 1992 war er nebenamtlich Leiter des Süddeutschen Kunststoffzentrums in Würzburg. 1992 wurde er Honorarprofessor des Chemischen Instituts der Universität Qingdao, China, und 1996 Ehrendoktor der Technischen Universität Budapest. Prof. Ehrenstein ist vereidigter Sachverständiger der IHK Nürnberg für Kunststoffe und Sonderwerkstoffe auf Kunststoffbasis und des Deutschen Instituts für Bautechnik (DIBt), Berlin.

Er ist Gründer des Wissenschaftlichen Arbeitskreises Kunststofftechnik (WAK), der Dissertationsbank und der Zeitschrift Kunststofftechnik im Rahmen von *kunststoffe.de* mit Unterstützung des Carl Hanser Verlages.

Begleitwort von Prof. Dr.-Ing. Sonja Pongratz

Der vorliegende Band aus der Reihe „Schadensanalyse“ beschäftigt sich mit der Massenanalyse, mit deren Hilfe wichtige Informationen über die chemischen und physikalischen Strukturen der Bauteile aus Kunststoff gewonnen werden. Sein Erscheinen ist der unermüdlischen Arbeit von Herrn Prof. Dr. Ehrenstein zu verdanken, der das Fachwissen vieler Experten bewertet, gebündelt und in der Reihe Schadensanalyse strukturiert verfügbar gemacht hat.

Umso stolzer bin ich, einen Beitrag zu dem vorliegenden Werk geleistet zu haben. Die Schadensanalyse an polymeren Bauteilen ist in über 20 Jahren Berufstätigkeit meine zentrale Tätigkeit. Ich empfinde jede Analyse eines Schadensfalls auf das Neue als spannend und bereichernd, was nicht zuletzt daran liegt, dass Schadensanalyse interdisziplinär ist; sie ist geprägt von der Zusammenarbeit unterschiedlicher Menschen und stets gilt es dabei, das Zusammenspiel von Analyse-

methode und Versagensursache im Blick zu behalten.

Schadensanalyse beginnt an der Basis, mit visuellen und einfachen Methoden, so dass der Analytiker Gefühl und Verständnis für den Schaden bekommt, daraus eine Hypothesen ableiten kann, um diese durch Spezialanalysen zu verfestigen. Das Ineinandergreifen von chemischer und physikalischer Struktur der Polymermoleküle prägt die Eigenschaft des Bauteils und im Falle der Schadensanalyse auch dessen vorzeitiges Versagen. Die chemischen und vor allem die physikalischen Strukturen werden durch den Verarbeitungsprozess bestimmt; gleichzeitig wirken sich aber auch die äußeren Einflussfaktoren wie Temperatur, UV-Licht und Chemikalien über die Alterung auf diese Strukturen aus. So sind in der Schadensanalyse Kenntnisse über die Einflussfaktoren Material – Konstruktion – Verarbeitung – Einsatzbedingungen gefordert. Diese müssen durch den Schadensanalytiker mit Hilfe der vielfältigen und teilweise sehr komplexen Analysemethoden bewertet werden. Die Massenanalyse wird oftmals übergangen und es wird zu



(privat)

schnell zu kostenintensiven Spezialanalysen gegriffen. Aber die einfachen Methoden – wie die Massenanalyse – helfen, den richtigen Weg einzuschlagen; man wird herausgefordert sich zunächst mit dem Schaden zu beschäftigen und nicht sofort das Bauteil einer Spezialuntersuchung im micro-Bereich zu unterziehen.

Es ist unerlässlich auf alles zu achten, jedes „Indiz“ aufzugreifen und zu verfolgen, sich nicht zu schnell durch vorgefertigte Meinungen (anderer oder basierend auf der eigenen Erfahrung) auf eine Hypothese festzulegen, sondern akribisch dabei zubleiben. Diese Vorgehensweise habe ich vor allem von Prof. Dr. Ehrenstein im Rahmen des Lehrstuhls für Kunststofftechnik gelernt, der bis heute als Synonym für Schadensanalyse in der Fachwelt steht, und genauso gebe ich es in meinen Vorlesungen weiter, die ich an der Erlanger Universität halte.

Jeder Band dieser Reihe wird sowohl meine Lehrtätigkeit als auch meine praktische Arbeit bereichern und ein unerlässliches Nachschlagewerk und Hilfsmittel für alle in der Schadensanalytik Tätigen sein.

Wolfsburg, Mai 2020

Prof. Dr.-Ing. Sonja Pongratz

Prof. Dr.-Ing. Sonja Pongratz

Die Chemieingenieurin ist bei der Volkswagen AG in Wolfsburg in leitender Position auf dem Gebiet der Schadensanalyse von Polymeren tätig. Ihre Promotion bei Prof. Ehrenstein hat Frau Pongratz im Jahr 2000 an der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg mit Auszeichnung bestanden und für ihre Habilitation im Fachbereich Maschinenbau im Jahre 2005 zwei Wissenschaftspreise erhalten.

Die 1969 in Cham (Oberpfalz) geborene Preisträgerin des Dr.-Richard-Escales-Preises 2016 ist die einzige Universitätsprofessorin auf dem Gebiet der Kunststofftechnik in Deutschland. Ihre Lehrtätigkeit übt sie in alter Verbundenheit mit dem Lehrstuhl für Kunststofftechnik seit ihrer Zeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin aus und wurde mehrfach für ihre Vorlesung „Schadensanalyse an Kunststoffbauteilen“ im Rahmen der studentischen Lehrevaluation ausgezeichnet.

Im Carl Hanser Verlag hat sie zusammen mit Prof. Gottfried Ehrenstein 2007 den Titel „Beständigkeit von Kunststoffen“ herausgegeben, einen Titel mit rund 1300 Seiten in zwei Bänden, der auch in englischer Sprache veröffentlicht wurde („Resistance and Stability of Polymers“).

Frau Pongratz ist verheiratet und hat zwei Kinder.

Inhalt

Der Herausgeber	VII
Begleitwort von Prof. Dr.-Ing. Sonja Pongratz	IX
1 Einfache Bestimmungsmöglichkeiten	1
1.1 Einleitung	1
1.1.1 Einfache Bestimmungsmöglichkeiten – Vorsortierung	2
1.1.1.1 Fingernageltest zur Unterscheidung von PE und PP ..	4
1.1.1.2 Bruchprobe	5
1.1.1.3 Lösemitteltest	5
1.1.1.4 Schwimm-Sink-Verfahren	7
1.1.2 Thermische Bestimmungsmöglichkeiten	8
1.1.2.1 Erhitzen im Glühröhrchen	8
1.1.2.2 Reaktion der Zersetzungsschwaden	9
1.1.3 Brandverhalten	10
1.1.3.1 Brandverhalten außerhalb der Flamme	10
1.1.3.2 Brennverhalten von Kunststoffen	12
1.2 Erkennungsgang	17
1.2.1 Thermoplaste (nach BASF)	17
1.2.2 Löslichkeit – Schmelzverhalten – Brennverhalten nach <i>Dietrich Braun</i>	20
1.3 Beispiel	22
1.4 Normen	22
1.5 Verwendete Literatur	24
2 Dichtebestimmung	25
2.1 Einleitung	25
2.2 Dichtebestimmung verschiedener Formen	28

2.3	Bestimmungsverfahren der Rohdichte	30
2.3.1	Schwimmverfahren – Orientierungsmethode	32
2.3.2	Bestimmung der Flüssigkeitsdichte mit Tauchkörperverfahren [DIN EN ISO 2811-2]	34
2.3.3	Trennung von Kunststoffgemischen mit dem Schwimm-Sink-Verfahren [DIN EN ISO 1183-1]	35
2.3.4	Bestimmung der Rohdichte nach dem Auftriebsverfahren [DIN EN ISO 1183-1]	37
2.3.4.1	Bestimmung der Rohdichte mit dem Flüssigkeits- pyknometer [DIN EN ISO 1183-1]	38
2.3.4.2	Messprinzip des Pyknometers	38
2.3.4.3	Probenpräparation	40
2.3.4.4	Messung	40
2.3.5	Bestimmung der Rohdichte nach dem Titrationsverfahren [DIN EN ISO 1183-1]	41
2.3.6	Bestimmung der Dichte nach dem Dichtegradienten-Verfahren [DIN EN ISO 1183-2]	44
2.3.7	Bestimmung der Dichte nach dem Gaspyknometer-Verfahren [DIN EN ISO 1183-3]	47
2.3.8	Schaumstoffe – Bestimmung der Dichte aus Masse und Volumen [DIN EN ISO 845]	50
2.3.9	Scheinbare Dichte von Pulvern – Schüttdichte, Stopfdichte [DIN EN ISO 60 und 61]	51
2.3.10	Anwendungen der Dichtemessung	52
2.4	Normen	54
2.5	Verwendete Literatur	55
3	Feuchtigkeit in Kunststoffen – Analyseverfahren	57
	<i>Mit Dr. K. Dreblow</i>	
3.1	Feuchtigkeit in Kunststoffen	57
3.2	Wirkung von Wasser	58
3.2.1	Feste Kunststoffe	59
3.2.1.1	Mechanische Eigenschaften von Polyamid	64
3.2.1.1.2	Wasseraufnahme	64
3.2.1.2	Rücktrocknung	69
3.2.1.3	Konditionierungsverfahren	71
3.2.2	Feuchte bei der Verarbeitung	73
3.2.2.1	Grundlagen	74
3.2.2.2	Einfluss auf die Viskosität	76
3.2.2.3	Einfluss auf die Struktur der Kunststoffe	77

3.2.2.4	Trocknung für die Verarbeitung nach <i>Friedrich Johannaber</i>	78
3.2.2.4.1	Ausgangszustand	78
3.2.2.4.2	Trocknungszeit und -temperatur	79
3.2.2.4.3	Fehler beim Trocknen	83
3.2.2.4.4	Bestimmung der Restfeuchte	84
3.2.3	Methoden zur Bestimmung des Wassergehalts	85
3.2.3.1	Gravimetrische Methode	87
3.2.3.2	Infrarot-/Mikrowellentrocknung	87
3.2.3.3	TVI-Test (Tomasetti's-Volatile-Indicator)	89
3.2.3.4	Wasserselektive Methoden (Coulometrische Methoden)	91
3.2.3.4.1	Karl-Fischer-Titration (KF-Titration)	91
3.2.3.4.2	Wasserselektive Phosphorpentoxid-Methode	93
3.2.3.4.3	Halogen-Moisture-Analysator	95
3.2.3.5	Vergleich der Messverfahren nach Mettler	97
3.2.4	Beispiele	99
3.3	Normen	100
3.4	Verwendete Literatur	101
4	Bestimmung des Gehalts an Füll- und Verstärkungsstoffen ..	103
4.1	Grundlagen	103
4.2	Füll-/Verstärkungsstoffgehalt in der Schadensanalyse	111
4.3	Methoden zur Bestimmung des Füll-/Verstärkungsstoffgehalts	111
4.3.1	Lösen der Kunststoffmatrix	113
4.3.2	Thermische Zersetzung der Kunststoffmatrix (Kalzinieren) ...	116
4.3.3	Anwendungen der Füllstoffgehaltsbestimmungen	120
4.3.4	Aramid- und Kohlenstofffaser-Gehalt bei Epoxidharzmatrix ...	121
4.3.5	Kohlenstofffaser-Gehalt bei Phenolharz- oder Polyimidmatrix ..	121
4.3.6	Bestimmung des Glasfaser- und Füllstoffgehalts	122
4.3.7	Glasfaser- + Füllstoffgehalt	124
4.3.7.1	Glasfaser + Calciumcarbonat	124
4.3.7.2	Glasfaser + Kaolin	124
4.3.7.3	Glasfaser + Aluminiumhydroxid	125
4.3.8	Bestimmung des Rußgehalts	125
4.3.9	Aussagemöglichkeiten und Grenzen der Füllstoffbestimmung	126
4.4	Normen	127
4.5	Verwendete Literatur	129

5	Thermogravimetrie	131
5.1	Einführung	131
5.1.1	Grundlagen	132
5.1.2	Messprinzip	135
5.1.2.1	Messablauf	135
5.1.2.2	Auswertung	136
5.1.2.2.1	Einstufige Massenänderung	136
5.1.2.2.2	Mehrstufige Massenänderung	137
5.1.2.3	Praktische Vorgehensweise	138
5.1.3	Praktische Anwendungen	140
5.1.4	Beispiele	142
5.1.4.1	Verschiedene Thermoplaste	142
5.1.4.2	Schlagzähmodifikator	142
5.1.4.3	PC/ABS-Blend	144
5.1.4.4	Silikondichtung	146
5.2	Normen	147
5.3	Verwendete Literatur	148
6	Bestimmung von extrahierbaren Bestandteilen	151
	<i>Prof. Sonja Pongratz</i>	
6.1	Einsatz der Extraktion	151
6.2	Durchführung	152
6.2.1	Soxhlet-Extraktion und Twisselmann-Extraktion	152
6.2.2	Beschleunigte Verfahren	154
6.3	Beispiele	155
6.3.1	Beschädigung der Oberfläche einer Slushhaut durch Anti-Rutsch-Matte	155
6.3.2	Rohre und Schläuche aus Polyamid	155
6.3.3	Aushärtegrad von Phenolharzen	156
6.3.4	Ummantelung Kabelstrang aus PVC	157
6.4	Normen	157
6.5	Literatur	158
7	Messunsicherheit zur Massenanalyse	159
	<i>Prof. Dr. Samuel Affolter, Dr. Bruno Wampfler</i>	
7.1	Erläuterungen zu den präsentierten Ringversuchsdaten	159
7.2	Begriffe der Messunsicherheit	160
7.3	Erläuterungen zu den präsentierten Ringversuchsdaten	163

7.4	Thermogravimetrie	165
7.4.1	Erläuterungen zu den Ringversuchen	165
7.4.2	Weichmachergehalt	166
7.4.3	Rußgehalt	166
7.4.4	Glührückstand	166
7.4.5	Ringversuchswerte	167
7.5	Haupt- und Nebenbestandteile	168
7.5.1	Elemente	168
7.5.1.1	Halogene	168
7.5.1.2	Schwefel	169
7.5.1.3	Stickstoff	170
7.5.2	Verbindungen	171
7.5.2.1	Weichmacher	171
7.5.2.2	Vinylacetatgehalt in Ethylen-Vinylacetat-Copolymeren	172
7.5.2.3	Wasser	173
7.5.2.4	Glührückstand	175
7.6	Spurenbestandteile	176
7.6.1	Elemente: Halbmetalle, Schwermetalle, Brom	176
7.6.2	Stabilisatoren	178
7.6.3	Restlösemittel	180
7.7	Zusammenfassung	182
7.8	Normen	183
7.9	Verwendete Literatur	186
8	Anhang	189
8.1	Saechtling-Bestimmungstafel zum Erkennen von Kunststoffen	189
Index	197

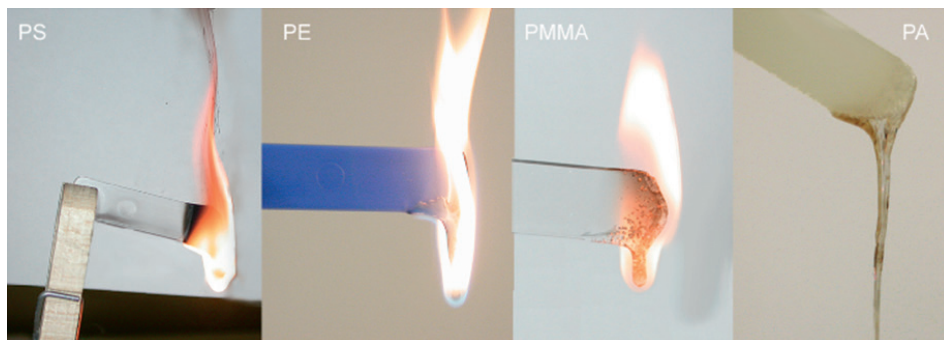


Bild 1.6 Brennverhalten verschiedener Kunststoffe außerhalb der Flamme (LKT)

Hierbei werden das Brandverhalten außerhalb der Flamme, die Rußbildung, das Abtropfverhalten und die Art und Farbe der Flamme sowie die Reaktion der Zersetzungsschwaden und der Geruch der Brandschwaden bewertet. Nach dem Brandverhalten außerhalb der Flamme werden Kunststoffe grob in drei Gruppen unterteilt:

1. Der Kunststoff entzündet sich in der Flamme, brennt jedoch nach Wegnahme der Zündquelle nicht oder nur kurz weiter, selbstverlöschend.
 - PVC brennt rußend in der Flamme unter Koksbildung und erlischt sofort außerhalb der Flamme (wie alle halogenhaltigen Kunststoffe).
 - PC, reines PPO und PPE brennen unter Koksbildung rußend kurz weiter und verlöschen dann, wobei PC eine leuchtende Flamme und eine blasige Schmelze zeigt. Beim modifizierten PPO bzw. PPE entscheidet der Anteil der zweiten Blendkomponente über das Brandverhalten (phenolhaltige Kunststoffe).
 - PES zeigt ähnliches Verhalten, nach dem Verlöschen entwickelt sich weißer Rauch.
 - Zu den selbstverlöschenden Kunststoffen gehören alle mit Flammschutz ausgerüsteten Kunststoffe.
2. Der Kunststoff entzündet sich in der Flamme, brennt nach Entfernen der Zündquelle rußend weiter.
 - Polyolefine (PE und PP) brennen mit gelber Flamme mit blauem Kern und tropfen brennend ab.
 - PMMA brennt mit leuchtender Flamme mit blauem Kern, knistert beim Verbrennen.
 - PA brennt mit einer Flamme, die einen bläulich-gelben Rand hat, blasige Schmelze tropft brennend ab und zieht Fäden.
 - POM brennt mit blauer, fast nicht sichtbarer Flamme, Schmelze tropft brennend ab.

- CAB brennt mit dunkelgelber Flamme schwach rußend, Schmelze tropft brennend ab.
 - PBT brennt mit leuchtender Flamme, Schmelze tropft brennend ab.
3. Der Kunststoff entzündet sich in der Flamme und brennt nach Entfernen der Zündquelle stark rußend weiter.
- Alle Styrol- und Styrolcopolymerisate (wie PS, SB, SAN, ABS, ASA) brennen mit leuchtend gelber Flamme.
 - CAB brennt mit dunkelgelber Flamme schwach rußend, Schmelze tropft brennend ab.
 - PBT brennt mit leuchtender Flamme, Schmelze tropft brennend ab.
 - Alle Styrol- und Styrolpolymerisate (wie PS, SB, SAN, ABS, ASA) brennen mit leuchtend gelber Flamme.

1.1.3.2 Brennverhalten von Kunststoffen

Der Kunststoff wird beim Verbrennen zum Teil depolymerisiert bzw. zu anderen Stoffen zersetzt. Die dabei entstehenden Monomere haben einen charakteristischen Geruch.

Für die Charakterisierung der Kunststoffe nach ihrem Brandverhalten ist auch Tabelle 1.5 sehr hilfreich.

Tabelle 1.5 Verhalten von Kunststoffen bei der Brennprobe

Brennbarkeit	Flamme	Geruch der Dämpfe	Kunststoff
nicht brennbar	-	stechend nach Flusssäure	Si, PTFE, PCTFE, PI
schwer entzündbar, erlischt außerhalb der Flamme	hell, rußend hellgelb grünlich	Phenol, Formaldehyd, Ammoniak, Amine, Formaldehyd Chlorwasserstoff	PF, CF UF PVC, PVDC (ohne brennbare Weichmacher)
erlischt außerhalb der Flamme	leuchtend rußend gelb, grauer Rauch gelborange, blauer Rauch; dunkelgelb, rußend	Horn, Haar Essigsäure	PC Si PA CA
brennt in der Flamme, erlischt außerhalb langsam oder gar nicht	gelb, leuchtend, Zersetzung gelborange gelb, blauer Rauch, gelb, blauer Kern leuchtend rußend	Phenol, verbranntes Papier, kratzend verbrannter Gummi süßlich, aromatisch stechend, Paraffin scharf	PF-Schichtstoffe PVAL CR PET PUR PE, PP UP-GF

Dampfdruckmethode (Manometrischer Nachweis):

Eine rasch durchzuführende und genaue Methode zur Bestimmung des Wassergehalts in Polyamiden besteht in der Messung des Dampfdruckes, wobei die Feuchtigkeit bei hoher Temperatur in einem Vakuum verdampft und die Druckzunahme ermittelt wird. Der gemessene Druckanstieg ist bei dieser Anordnung proportional zum Wassergehalt. Die Eichung wird mit einer genau gewogenen Menge Wasser durchgeführt, Bild 3.15.

Bei der Dampfdruckmethode wird eine Probenmenge in einem abgeschlossenen Raum unter Vakuum auf eine festgelegte Temperatur erwärmt. Der gemessene Druckanstieg ist proportional zum Wassergehalt. Die Berechnung des Wassergehalts erfolgt unter Bezugnahme auf einen Kalibrierfaktor (siehe DIN EN ISO 15512 – Verfahren C). Nach der Kalibrierung kann der Wassergehalt beliebiger Polymerwerkstoffe bestimmt werden. Die Eichung wird mit einer genau gewogenen Menge Wasser durchgeführt. Nachteile der Manometermethode sind der mögliche Einfluss flüchtiger Monomere und Weichmacher auf das Messergebnis und die umfangreiche Messapparatur.

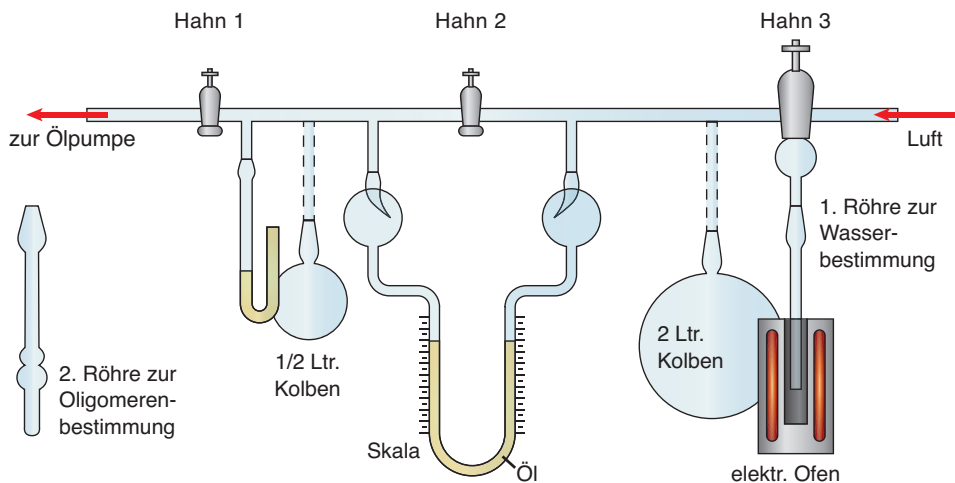


Bild 3.15 Apparatur zur Bestimmung des Wassergehalts in Polyamiden nach der Dampfdruckmethode.

Dazu werden in ein Wasserbestimmungsröhrchen ein Magnetstäbchen und eine zugeschmolzene Glaskapillare mit einer genau eingewogenen Wassermenge gebracht. Die Apparatur wird bei geöffnetem Hahn 1 und 2 und geschlossenem Hahn 3 auf etwa 1 mm Quecksilbersäule (Hg) evakuiert. Man schließt zunächst Hahn 1, dann Hahn 2 und erhitzt das Wasserbestimmungsröhrchen auf ca. 195 bis 210 °C. Mit einem Magneten zerschlägt man von außen die Glaskapillare. Der Stand des Ölmanometers wird nach dem Erreichen eines konstanten Wertes (nach

etwa 10 min) abgelesen. Der Manometerstand wird in einer Eichkurve als Funktion der Einwaage des Wassers aufgetragen.

Die Empfindlichkeit einer solchen Apparatur beträgt ca. 10 mm Manometersäule/mg H₂O, so dass bei einer Einwaage von ca. 10 g Polyamid bei einer noch sicher ablesbaren Höhendifferenz von ca. 2 mm theoretische Wassergehalte bis 0,002% messbar sind. In der Praxis kann man Wassergehalte bis 0,05% ohne Korrektur bestimmen. Nach der Eichung kann der Wassergehalt beliebiger Polymerwerkstoffe bestimmt werden, indem man eine genau bestimmte Einwaage in das Wasserbestimmungsröhrchen bringt, die Apparatur wie beschrieben evakuiert und das Wasser bei ca. 195 °C bis 210 °C durch Erhitzen aus dem Polymeren herausschleibt. Nach ca. 60 min. wird die Höhendifferenz am Manometer und die Wassermenge aus der Eichkurve abgelesen.

Nachteil der Manometermethode sind der mögliche Einfluss der flüchtigen Monomere und Weichmacher auf das Messergebnis und die umfangreiche Messapparatur.

Eine Weiterentwicklung der Dampfdruckmethode als wasserselektive Methode ist die Bestimmung des Wassergehalts mittels der Druckmessung infolge einer Wasserstoffentwicklung, Wasser und Kalziumhydrid (als Reagenz) reagieren miteinander unter Wasserstoffentwicklung nach folgender Reaktionsgleichung:



Diese Reaktion läuft in einem abgeschlossenen Reaktionsgefäß ab. Es wird vor der Messung mit einer eingebauten Vakuumpumpe auf ca. 5 mbar evakuiert und während der Messung elektrisch beheizt. Der durch die Erwärmung freiwerdende Wasserdampf reagiert mit dem Kalziumhydrid. Der Gasdruck des Wasserstoffs ist streng proportional zur eingebrachten Wassermenge und somit spezifisch für Wasser. Der Gasdruck wird mit einem piezoresistiven Druckwandler erfasst. Andere flüchtige Substanzen werden in einer Kühlfalle kondensiert.



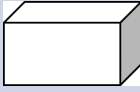
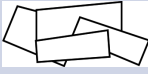

Der durch die Erwärmung frei werdende Wasserdampf reagiert mit dem Kalziumhydrid und der Druck im Messsystem steigt durch den sich entwickelnden Wasserstoff.

3.2.3.3 TVI-Test (Tomasetti's-Volatile-Indicator)

Eine qualitative Methode der Kontrolle des Feuchtigkeitsgehalts ist der Plättchentest oder auch TVI-Test. Dieser Test wurde für die Trocknungsüberwachung von PC entwickelt.

Für den TVI-Test werden 2 Objektträger auf einer Heizplatte auf 250 – 270 °C (PC) erwärmt. Nach 1 bis 2 min Aufheizzeit werden 3 – 4 Granulatkörner des zu prüfenden Thermoplasts mittels Pinzette auf einen der Objektträger gelegt und mit dem 2. Objektträger zusammengedrückt. Nach ~ 60 s Verweilzeit auf der Heizplatte

Tabelle 4.3 Teilchenform und -geometrie und „Aspect-Ratio“ von Füllstoffen und Verstärkungsmitteln

					
Form	Kugel	Würfel	Quader	Plättchen	Faser
Aspect-Ratio	1		1,4 – 4	5 – 100	> 10
Beispiele	Glaskugeln, Silicat-kugeln	Calcium-carbonat, Feldspat	Silica, Bariumsulfat	Glimmer, Talkum, Kaolin, Graphit, Aluminium-trihydrat	Glasfasern, Asbest, Wollastonit, Cellulosefasern, C-Fasern, Whisker, Kevlar-Fasern

Eine große Füllstoff- oder Verstärkungsmittel-Oberfläche ergibt eine größere Kontaktfläche und daher i. a. bessere mechanische Kennwerte als eine kleine Oberfläche. Eine zu große Oberfläche, d. h. hoher Feinanteil, führt zu einem deutlichen Anstieg der Viskosität und kann bei der Aufbereitung bei ungenügenden Scherkräften zu Dispergierproblemen führen, Tabelle 4.4.

Tabelle 4.4 Korngrößenverteilungskurven verschiedener Füllstoffe
Kg (50%) = mittlere Korngrößendurchmesser

Füllstoffart	oberer Schnitt [µm]	Kg (50%) [µm]	spez. Oberfläche [m ² /g]	Preis [€/kg]
1= Calciumcarbonat	10	3	4	0,3 – 0,7
2= Calciumcarbonat	25	5	1,6	0,15 – 0,2
3= Aluminiumhydroxid	5	2	3,5	0,8 – 1,5
4= Aluminiumhydroxid	25	8	0,7	0,4 – 0,5
5 = Wollastonit	16	4	4	1 – 1,5
6 = Kaolin	53	2	8,5	0,5 – 0,7

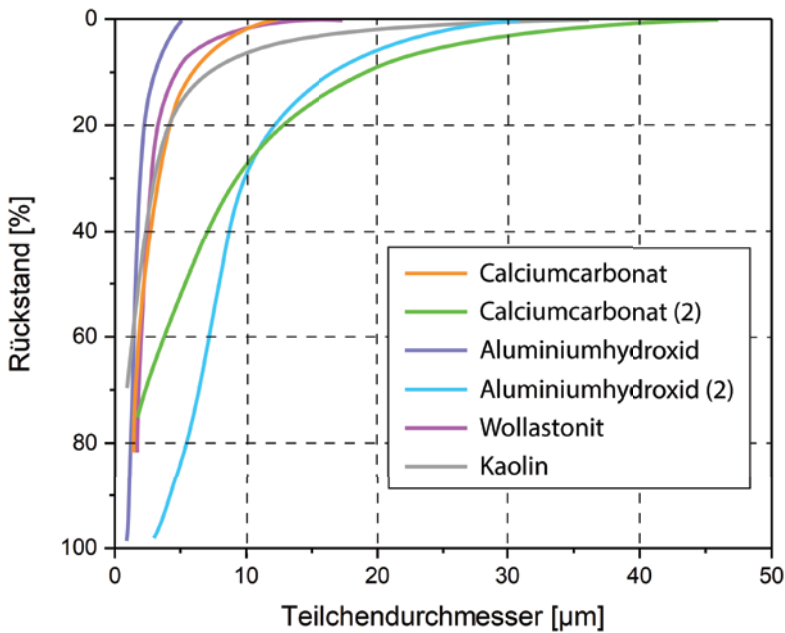
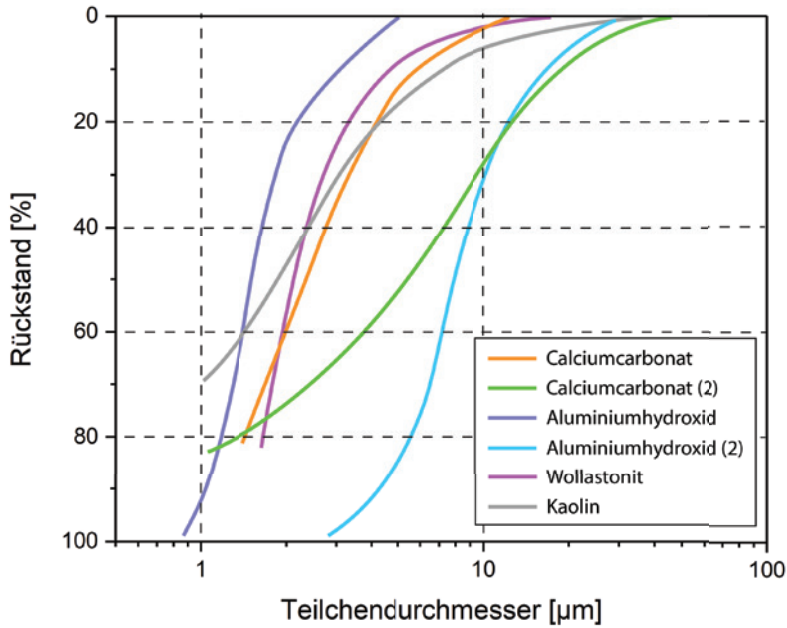


Bild 4.2 Verteilungskurven für verschiedene Füllstoffe in logarithmischer und linearer Darstellung

Tabelle 6.1 Fragestellungen im Rahmen von Schadensanalysen (nach DIN ISO 6427)
(Fortsetzung)

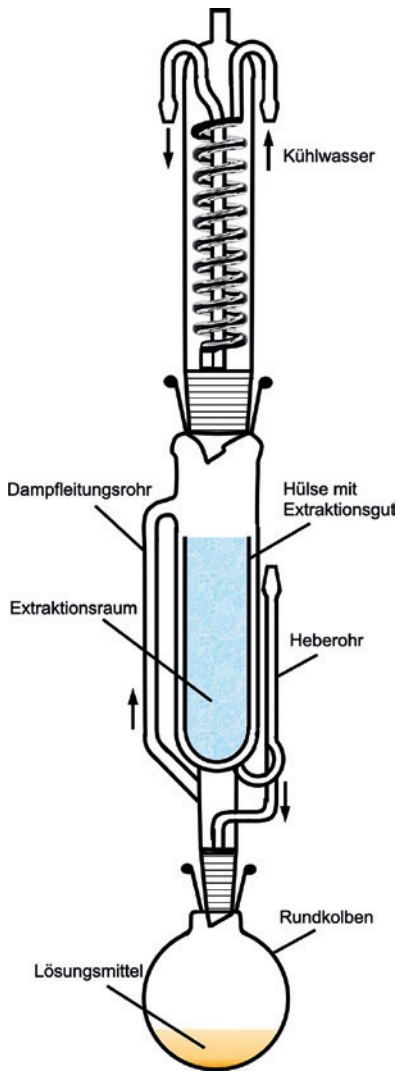
Art des Kunststoffs	Hauptbestandteile des Extraktes	Bemerkung/Beispiel
Melamin-Formaldehyd-Harz	Formaldehyd	DIN EN ISO 4614
Polypropylen	ataktische und niedermolekulare Bestandteile, Additive	
Polyvinylchlorid, weich	Weichmacher	Slushhaut
Polyethylen	niedermolekulares PE	
vernetztes PE (PEX)	unvernetztes PE	
Elastomere	Identifikation von Elastomeren durch IR	VDA Empfehlung 675-125
Elastomere	Nachweis von Weichmachern und anderen Additiven	
Silikon	Nachweis niedermolekularer Silikone	

■ 6.2 Durchführung

Insbesondere bei der Fragestellung, aus Polymerproben Kontaminationen oder Additive zu isolieren und nachfolgend zu untersuchen, bieten sich Extraktionsverfahren an, bei denen die Probe mit einem organischen Lösemittel so behandelt wird, dass das Polymer selbst nicht aufgelöst, sondern nur angequollen wird, aber die organischen Fremdstoffe oder Polymeradditive herausgelöst und aufkonzentriert werden (Polymer Service Merseburg).

6.2.1 Soxhlet-Extraktion und Twisselmann-Extraktion

Bei der Soxhlet-Extraktion wird typischerweise für viele Stunden, meist sogar bis zu 24 Stunden, eine Extraktion der Kunststoffproben unter Rückfluss mit Lösemittel durchgeführt. Der hierfür eingesetzte Soxhlet-Extraktor ist in DIN 12602 beschrieben.

**Bild 6.1**

Soxhlet-Apparatur (nach Braun/Erkennen von Kunststoffen)

Der Kunststoff wird hierbei mit Hilfe einer Extraktionshülse, die sich im sogenannten Soxhlet-Aufsatz befindet, extrahiert. Die Extraktionshülse besteht meist aus Cellulose, teilweise aus Glasfasern. Im Kolben unter dem Soxhlet-Aufsatz wird das Lösungsmittel zum Sieden gebracht, dessen Dämpfe durch das Dampfrohr aufsteigen und im Rückflusskühler kondensieren. Das Lösungsmittel tropft dann wieder in die Extraktionshülse und löst dort den gewünschten Stoff aus dem Kunststoff heraus.

Durch weiter zutropfendes Lösungsmittel steigt der Flüssigkeitsspiegel im Soxhlet-Aufsatz, bis er die Höhe vom Knie des seitlichen Heberrohrs erreicht hat. Die dann auftretende Saugheberwirkung fördert den Extrakt zurück in den Kolben mit dem

7

Messunsicherheit zur Massenanalyse

Prof. Dr. Samuel Affolter, Dr. Bruno Wampfler

■ 7.1 Erläuterungen zu den präsentierten Ringversuchsdaten

In der Praxis wird ein Labor regelmäßig mit Fragen konfrontiert:

- Stimmt die Spezifikation mit dem Messergebnis überein?
- Ist der Unterschied zwischen zwei Messergebnissen signifikant? Oder
- Stimmt das Messergebnis mit dem Referenzwert überein?

Antworten lassen sich nur mit Kenntnis der Messunsicherheit geben. Aus dem Blickwinkel der Messunsicherheit ist die Kunststoffanalytik ein Sonderfall. Im Gegensatz zu anderen Gebieten der chemischen Analytik sind viele Verfahren normiert und zunehmend mit Präzisionsdaten hinterlegt, die durch Ringversuche gewonnen werden. Dies ist sehr nützlich, denn mit Hilfe dieser Daten lässt sich die Messunsicherheit nach der Methode von ISO 21748 (1) zuverlässig ermitteln. Der andere Hauptzugang zur Messunsicherheit, die analytisch-rechnerische Methode nach ISO/IEC Guide 98-3 (GUM) (2), funktioniert nämlich nur, wenn die vorhandenen systematischen Einflüsse in einem Analyseverfahren erkannt und vernünftig quantifiziert werden können. Und das ist in der Kunststoffanalytik meist nicht gegeben. Metrologische Institute wenden ISO 21748 selbst teilweise für die Berechnung der Unsicherheit von Referenzmaterialien an. Ein Beispiel ist das Referenzmaterial 1474b [1] des National Institute of Standards and Technology der USA (NIST): die Unsicherheit der Schmelze-Massefließrate (MFR) wird nicht analytisch-rechnerisch, sondern auf Basis der linearen Interpolation zweier Werte aus Ringversuchen ermittelt.

Das vorliegende Kapitel geht nicht auf die Aspekte der Validierung und Qualitätssicherung ein. Es versucht nur, den Zugang zu Unsicherheitsdaten zu erleichtern und setzt voraus, dass die Analysemethode bis auf die Kenntnis der Messunsicherheit gebrauchstauglich ist.

Begriffserklärungen, Grundlagen zur Ermittlung der Messunsicherheit auf Basis von Ringversuchswerten und die Anwendung von Unsicherheitsdaten in der Praxis enthält Band 10 der hier vorliegenden Reihe. Die im Folgenden präsentierten Inhalte sind dem Fachbuch „Messunsicherheit in der Kunststoffanalytik“ [2] entnommen.

■ 7.2 Begriffe der Messunsicherheit

Die im Folgenden angeführten Begriffserklärungen sind als Erläuterungen zu verstehen. Wissenschaftliche Definitionen finden sich in VIM (3) und dessen Auslegung für die Analytische Chemie (4). Im vorliegenden Kapitel werden die Symbole von DIN ISO 21748 (1) verwendet.

Ausreißer

Wert unter einer Serie von Werten, der mit den anderen Werten dieser Serie nicht verträglich ist. Ein Ausreißer ist entweder signifikant zu groß oder signifikant zu klein.

Erweiterte Unsicherheit U

Mit einem Faktor k multiplizierte kombinierte Standardunsicherheit $u(y)$. Wenn der Erweiterungsfaktor den Wert zwei hat und die Anzahl der Freiheitsgrade der dominanten Beiträge zur Unsicherheit genügend hoch ist, entspricht die erweiterte Unsicherheit einem Vertrauensbereich von ungefähr 95 %.

Erweiterungsfaktor k

Zahl, mit der die kombinierte Standardunsicherheit $u(y)$ multipliziert wird, um die erweiterte Unsicherheit U zu erhalten. k beträgt üblicherweise zwei.

Kombinierte Standardunsicherheit $u(y)$

Standardunsicherheit eines Messergebnisses. Sie wird aus den einzelnen Standardunsicherheiten $u_i(y)$ durch die Gesetze der Unsicherheitsfortpflanzung berechnet. ISO/IEC Guide 98-3 (2) verwendet für die kombinierte Standardunsicherheit das Symbol $u_c(y)$. In diesem Kapitel wird das Symbol $u(y)$ nach DIN ISO 21748 (1) verwendet.

Kritische Differenz KD

Mit $k = 2$ erweiterte Unsicherheit der Differenz zweier Werte. Ist die Differenz der beiden Werte größer als die kritische Differenz, sind die beiden Werte signifikant verschieden.

Index

A

- AAS
 - Ringversuch 176
- Abbauprodukte 178
- Abbaureaktionen 78
- Abbaustufen 166
- Abdekantieren 113
- Abhilfemaßnahmen 83
- ABS 12, 62, 145, 168 ff.
- Abzentrifugieren 113, 115
- Accelerated Solvent Extraction, ASE
 - 154, 172
- Acrylnitril 168
- Additive 104, 151, 166
- Adsorptionsneigung 48
- Alkalihalogenide 119
- Alterung 179
- Alterungsprozesse 133
- Aluminium
 - Ringversuch 177
- Aluminiumhydroxid 115, 125
- Aluminiumoxid 51
- Aluminiumsäckchen 174
- Aluminiumtrihydrat 108
- Amidgruppen 76
- Amidgruppenkonzentration 69
- amorph 59
- amorphe Bereiche 60
- Analysewaage 28
- Analytgehalt 168
- anorganisch 104
- anorganische Füllstoffe 112
- Antioxidans 170
 - kritischer Quotient 183
 - Ringversuch 180, 183
- Antioxidantien 176, 179
- Appreturmittel 118
- Aquatrac-Verfahren 174
- Aramidfasern 121
- Aräometer 33
- Archimedisches Prinzip 30
- Arsen
 - Ringversuch 177
- ASA 12
- Asbest 108
- Asche *Siehe* Glührückstand
- ASE 172
- Aspect-Ratio 106 f.
- atmosphärische Alterung 60
- Atomabsorptionsspektrometrie
 - Ringversuch 176
- Atomemissionsspektrometrie
 - Ringversuch 176
- Atomspektrometrie 182
- Auflösegenauigkeit 96
- Aufschluss 169, 171
- Aufschlusslösungen 177
- Auftriebskraft 30
- Auftriebsverfahren 25, 37
- Ausreiber 160
- Aussagekraft 182
- Austrittstemperatur 83
- Auswertung 139
- Auswirkung des Feuchtegehalts 57

B

Bariumsulfat 108
 Batches 79
 BBSA 170
 Becherfraktion 36
 Begriffe der Messunsicherheit 160
 Beilstein 19
 Beilsteinprobe 3
 Benzol
 – Ringversuch 181
 beschichtete Kunststoffe 37
 beschleunigte Lösemittelextraktion 154
 Biamperometrie 91
 Bindungskräfte 58
 Bläschen 84
 Blasen 61
 Blasenbildung 60
 Blasenfreiheit 41
 Blei
 – Ringversuch 177f.
 BMC 124
 Boyle-Mariottesches Gesetz 47f.
 Brandverhalten 17
 Braunfärbung 91
 Breite der Kornverteilungskurve 106
 Brennbarkeit 12f.
 Brennpote 3
 Brennverhalten 11, 13f.
 Brennverhalten nach Dietrich Braun 20
 Brom 176, 178
 – Ringversuch 169, 178, 183
 Bromgehalt
 – kritischer Quotient 183
 bromierte Flammschutzmittel 168
 Bruchprobe 5
 Butanon
 – Ringversuch 181
 Butylacetat
 – Ringversuch 181

C

CAB 12
 Cadmium
 – Ringversuch 177f.

Calciumcarbonat 108, 111, 115
 Calciumhydrid 98
 Carbonisierung 165
 Cd 176f.
 CD 62
 Cellulosefasern 108
 Cellulosepulver 103
 C-Fasern 108
 Charakterisierungsmethoden 163
 Chemische Analyse 107
 Chemischer Aufbau 106
 Chlor
 – Ringversuch 169, 183
 Chlorbutylkautschuk 168f.
 Chlorgehalt
 – kritischer Quotient 183
 Chlorkohlenwasserstoffe 33
 Chrom
 – Minderbefunde 177
 – Ringversuch 177f.
 Chromat 177
 CIIR 168
 Computertomographie (CT) 107
 Consumer Product Safety Commission
 176
 Coulometrie 173
 coulometrische KF-Titration 91
 coulometrische Methoden 86
 Cr 177
 Cr(VI) 176

D

Dampfdruckmethode 86, 88
 DDK 173
 Depolymerisation 76
 Dichteänderung 29
 Dichtebereich 42
 Dichtegradienten-Rohr 45
 Dichtegradienten-Säule 42, 44
 Dichtegradienten-Verfahren 25, 44
 Dichtemessverfahren 31
 Diffusionskoeffizient 60
 Diffusionszahl 67f.
 Duroplaste 10, 96

Dynamische-Differenzkalorimetrie (DSC) 107
Dynamisch-Mechanische Analyse (DMA) 107

E

easyH₂O 86
ECO 168
Einflussgrößen 68
einstufige Massenabnahme 136
Eintauchflüssigkeit 41
Einwaagemengen 138
Elastizitätsmodul 58
Elastomere 96, 166
elektrische Eigenschaften 58
elektrische Leitfähigkeit 110
elektromagnetische Abschirmung 110
Elektronendepolarisator 92
Elementaranalyse 170
Emissionsspektrometrie 176
Empa 163
Empfindlichkeit 95
Endtemperatur 132, 136
Entgasung 28
Entgasungsqualität 28
EPDM 166, 172, 175
Epichlorhydrinkautschuk 168
Epoxidharzmatrix 121
Erkennungsgang 17
erweiterte Unsicherheit 160
Erweiterungsfaktor 160
Essigester 19
Estergruppen 76
Ethanol
– Ringversuch 181
Ethylacetat 5
– Ringversuch 181
E/VA 172
Exsikkator 29
Extrahierbare Bestandteile 151
Extraktion 151
Extraktionsmittel 179
Extraktionsverfahren 173
Extrudieren 75

F

falscher Trockner 83
Faradaysches Gesetz 92
Farbänderung 84
Farbstoffe 79
Faser 108
faserförmig 104
Fehler beim Konditionieren 72
Feldspat 108
ferromagnetische Stoffe 139
Festigkeit 58
Feststoffdichte 26
Feuchte 57
Feuchtegehalt 57
Feuchteschlieren 85
Feuchtigkeit 133
Feuchtigkeitsgleichgewichtszustände 79
Fingernageltest 2, 4
Flamme 12f.
Flammschutzmittel 168f.
Flüchtige Bestandteile 151
flüchtige Komponenten 132
Flüssigkeiten 30
Flüssigkeitsdichte 33
Flüssigkeitspaare 45
Flüssigkeitspaarung 42
Flüssigkeitspyknometer 38f.
Formteil 29
FTIR- oder Massenspektrometer 134
Füllstoffe 50, 79, 103f., 166
Füllstoffgehalt 29, 140
Füllstoffgehaltsbestimmung 120
Füll- und Verstärkungsstoffe 52f., 132
Füll-/Verstärkungsstoffgehalt 111

G

Gasatmosphäre 133
Gaspyknometer 47
Gaspyknometer-Verfahren 47
Gebrauchsphase 104
gefüllte Kunststoffe 50
Gehalt von Füllstoffen 26
Geruch 12f., 18

Gesamtgehalt Feuchtigkeit 96
Gesteinsmehl 103
getrennte Abbaustufen 165
Glasfasern 2, 105, 108
Glasfiltertiegel 122 f.
Glashohlkugeln 46
Glaskugeln 105, 108
Glasübergangstemperatur 58, 64
Gleichgewichtszustände 59
Glimmer 108
Glühröhrchentest 9
Glührückstand 126, 171, 175
– kritische Differenz 182
– Ringversuch 167, 175, 182
Gradientensäule 45
Granulattrocknung 75
Graphit 103, 108
gravimetrische Methoden 86
Grenzen der Füllstoffbestimmung 126
Grenzwert 181
größte Teilchen (top cut) 106
GUM 159, 164

H

Halbmetalle 176
Halbzeuge und Fertigteile 37
Halogen
– Ringversuch 169
Halogenstrahler 95
Halogentrockner 86
Halogentrocknung 97
Härte 58
Hartpapier 103
Hauptbestandteile 182
Headspace-GC-FID 181
Heißextraktor 171
Heizrate 132, 136
Herstellung 104
Herstellungsprozess 180
Hetero-Atome 165
Hg 176
HKR 107
Hochleistungsthermoplaste 169
Holzmehl 103

Horwitz-Funktion 164
HPLC 179
HT-Thermoplaste 13
HT-Thermoplasten 13
Hydrolyse 60, 73
– Rücktitration 173
Hydrolyseempfindlichkeit 61
hydrolysierbare Gruppen 60
hydrolytischer Abbau 75
hygroskopische Kunststoffe 75

I

ICP-OES
– Ringversuch 176
Identifizierung 25 f.
IIR 166
Inertgasstrom 91
infrarotspektrometrisch 169
Infrarotspektroskopie 98
Infrarottrockner 86
Infrarottrocknung 97
Infrarot- und Mikrowellentrocknung
87
Inhomogenitäten 111
instrumentell-thermogravimetrisch 171
intermolekulare Bindungskräfte 58
Interpretation 139
Iod 91
ionenchromatographisch 168 f.
Irgafos 168 179
– Ringversuch 180
Irganox 1010 179 f.
– Ringversuch 180
IR-Spektrometrie nach ISO 8985 173
ISO 21748 159
ISO/IEC Guide 98-3 159, 164
Isolierungsmethode 180

J

Johannaber, Friedrich 73, 78

K

Kalibrierung 46
Kalzinieren 116
Kalzinierungsrückstand 123
Kalzinierungstemperatur 123
Kaolin 103, 108, 115, 124
Kapillarwasser 94
Kappe 180
Karl-Fischer-Titration 86, 91, 98
Karl-Fischer-Verfahren 173
– Ringversuch 174
Kaschierung der Eigenfarbe 166
Kettenlängen 78
Kettenspaltungsreaktionen 76
Kevlar-Fasern 108
Kieselsäure 103
Kjeldahl-Verfahren 170
klassische Veraschung 175
klassische Verfahren 171
kleine Wassergehalte 87
Kochsalzlösung 33
Kohlenstofffaser-Gehalt 121
kombinierte Standardunsicherheit 160,
163
kompakt 104
Konditionierungsverfahren 71
Kostenreduzierung 103
KQ 180
Kreide 2, 103, 140f.
Kristallinität 69, 164
Kristallisationsgrad 27, 53, 60
Kristallwasser 94
kritische Differenz 160, 182
– Glührückstand 182
– TGA 182
– Thermogravimetrie 182
– VA 182
– Vinylacetat 182
– Weichmacher 182
kritischer Quotient 161, 180, 183
Kugel 108
kugelförmig 104
Kunststoffe
– verschieden 14
Kunststoffgemische 35

L

Lagerung 104
Lagerungstemperatur 70
Lamellen 60
Längenänderung 65
Längen- zu Dickenverhältnis 106
Langzeitstabilität 181
Lebensmittelanalytik 164
Lebensmittelverpackungen 180
Leermasse 39
Leitfähigkeit 166
Lichtmikroskopie 107
Lichtschutzmittel 170
Lichtstabilisator 179
Lösemittel 114, 118, 133
Lösemittelmischung 43
Lösemitteltest 3
Löslichkeit 20
Luftblase 29
Lufteinschlüsse 28
luftfeucht 59
Lunkerfreiheit 29, 40

M

MAD 161, 163
– und Standardabweichung 163
magnetische Eigenschaften 110
makroskopische Schadensbeschreibung
107
Manometermethode 88f.
Maßänderungen 65
Massenänderung 131, 133
Massenverlust 131
Massenzunahme 131
Materialdichte 50
Materialkonditionierung 77
Materialquerschnitt 60
Mechanische Prüfungen 107
Median 161, 163
Mehrfachbestimmung 126
Mehrstufige Massenänderung 137
Messergebnis 159, 161
Messgas 48
Messgenauigkeitsvergleich 96

Messkammer 48
Messkolben 41
Messprogramm 139
Messunsicherheit 159, 161, 164
 Siehe auch Ringversuch
Metall
 – Ringversuch 177f.
Metallbestimmung 182
Metalle
 – kritischer Quotient 183
 – Ringversuch 183
Metalle im Spurenbereich 177
Metallgehalt
 – Ringversuch 177
Metallpulver 110
Metaphosphat 93
Methanol 91
MFR 159
Microwave Assisted Solvent Extraction,
 MASE 154
mikrowellenbeschleunigte Verfahren 154
Mikrowellenofen 116, 122
Mikrowellenspektroskopie 98
Mikrowellentrocknung 97
Minderbefunde
 – Chrom 177
Mindesteinwaage 138
Mineralfüllstoffgehalt 123
mineralische Füllstoffe 116
Mischlufttrocknung 75
Mischungszusammensetzung 35
mittlerer Teilchendurchmesser 106
Modifizierungen 132
Molekülkettenabbau 61
Molmassenabbau 60
Molybdänsulfid 103
Muffelofen 122
MVR 107

N

Nachkondensation 174
nadelförmig 104
nass 59
nasschemische Trennungsgänge 112

natürliche Zuschlagstoffe 104
NBR 166, 172
NBR-Kautschuk 170
niedermolekulare Zusatzstoffe 90
NIST 159
Nitrilgruppen 76
Normklima 63, 67
NR 166, 169, 175
NTB 163
Null-Viskosität 76

O

Oberfläche/Feinanteil 106
Oberflächenbeschichtung 106
Oberflächeneigenschaften 107
Oberflächenfeuchte 74
Oberflächenspannung 106, 140
Oberflächen-Volumen-Verhältnis 60
Oberflächenwasser 94
Offenzeiten 75
optimaler Feuchtegehalt 73
organisch 104
organische Füllstoffe 103, 112
Oxidation 131
Oxidationsvorgänge 60

P

PA 10f., 60, 90, 166, 175
PA 6 166
PA 6 mit CF 167
PA 12 170
PA 12-P 166, 172
PA 66 70
PA 66-GF30 70
PAR 13
Partikelgeometrie 106
Pb 176, 177
PBT 12, 62
PC 10, 60, 62
PC/ABS-Blends 144
PE 4, 11
PE-HD 166, 175
PE-LD 166, 175

PE mit ATH 167
Perchlorethylen 5, 19
Perchlorsäure 177
PES 11
PESU 13
PET 59, 60, 61, 174f.
Phasenumwandlung 26
Phenolharze 121
phenolisches Antioxidans 179
Phosphorpentoxid-Methode 86, 93
photooxidative Reaktion 179
physikalische Eigenschaften 58
Plastifizieraggregat 78
Plastifizierzylinder 167
Plättchen 108
plättchenförmig 104
PMMA 11
Polyamid 59, 66, 75
Polychromat 177
Polyester 75
Polyetherketone 75
Polyimide 75, 121
Polykondensate 75
Polymeranteil
– Ringversuch 167
Polymerblends 14
Polysulfone 75
Polyurethane 75
Polyvinylchlorid 168
POM 11, 90
Porosität 26
PP 4, 10f., 141
PPE 11
PPO 11
PPS 13, 169, 170
PPS-GF15 143
Präzisionsdaten 159
Prepregs 122, 124
Probekörpergeometrie 68
Probeneinwaage 96
Probenpräparation 135
Proficiency-Testing 163
Prüfflüssigkeit 32, 35, 38, 40
PS 10, 12, 167, 175
PSU 169

PTFE 10
PUR 60
PVC 10f., 166f., 175
PVC-P 172
PVC-Slushhaut 155
Pyknometer 25, 38
Pyridin 91
Pyrolyse 120

Q

Quader 108
Qualitätssicherung 25
quantitative Elementbestimmung 168
Quecksilber
– Ringversuch 177f.
Quellung 60, 65

R

Rasterelektronenmikroskopie (REM) 107
Reagenzpapiere 10
Reaktion
– photooxidativ 179
– thermooxidativ 178
Reaktionsschrumpf 26
Recycling 25
Redoxvorgang 91
Reduktion 131
Referenzmaterial 159, 164
Refraktometrie 98
Regranulation 167
Reindichte 26, 52
Reißfestigkeit 107
Restfeuchte 74 ff.
Restlösemittel 176, 180
– kritischer Quotient 183
– Ringversuch 181, 183
Restlösemittelanalytik 182
Restwassermenge 75
Ringversuch 159, 163
– 2-Butanon 181
– Aluminium 177
– Antioxidans 180, 183
– Arsen 177

- Atomabsorptionsspektrometrie 176
 - Atomemissionsspektrometrie 176
 - Benzol 181
 - Blei 177f.
 - Brom 169, 178
 - Butylacetat 181
 - Cadmium 177f.
 - Chlor 169
 - Chrom 177f.
 - Ethanol 181
 - Ethylacetat 181
 - Glührückstand 167, 175, 182
 - Halogene 169, 183
 - Irgafos 168 180
 - Irganox 1010 180
 - Karl-Fischer-Verfahren 174
 - Metall 177f., 183
 - Metallgehalt 177
 - Polymeranteil 167
 - Quecksilber 177f.
 - Restlösemittel 181, 183
 - Röntgenfluoreszenzanalyse 178
 - Röntgenfluoreszenzspektrometrie 176
 - Ruß 166f.
 - Schwefel 170
 - Schwefelgehalt 183
 - Stickstoff 171
 - Stickstoffgehalt 183
 - TGA 182
 - Thermogravimetrie 167, 182
 - Toluol 181
 - VA 182
 - Vinylacetat 182
 - Vinylacetat in E/VA 173
 - Wasser 174
 - Wassergehalt 183
 - Weichmacher 166f., 172, 182
 - Zink 177
 - Ringversuchsergebnisse 167
 - Ringversuchswerte 163
 - Rohdichte 26, 29, 51f.
 - Rohröfen 173
 - Röntgenfluoreszenzanalyse 178
 - Ringversuch 178
 - Röntgenfluoreszenz-Messungen (RFA) 182
 - Röntgenfluoreszenzspektrometrie 178
 - Ringversuch 176
 - Rückfeuchtung 84
 - Rückstände 131
 - Rücktitration 173
 - Rücktrocknung 71
 - Ruß 103, 167
 - Ringversuch 166f.
 - Rußgehalt 125, 133
 - Rußgehaltsbestimmung 119
 - RV 107
- S**
- Salpetersäure 121
 - SAN 12, 168, 170
 - SAN-Copolymere 170
 - Sättigungskonzentration 69
 - SB 12
 - SBR 166, 172
 - SBR/BR/NR-Blend 166
 - Schadensanalytik 164
 - Schätzung 164
 - Schäume 27
 - Schaumstoffe 25, 29, 50
 - Schlagfestigkeit 171
 - Schlagzähigkeit 107
 - Schlagzähmodifikator 142
 - Schlichte 118
 - Schlieren 61
 - Schlierenbildung 60, 84
 - Schmelzen 9
 - Schmelzenthalpie 164
 - Schmelztemperatur 64
 - Schöniger-Aufschluss 169
 - Schubmodul von PA 6 68
 - Schüttdichte 26, 51f.
 - Schüttgewicht 26
 - Schutzgas 95
 - Schwaden 9
 - Schwebeverfahren 25
 - Schwefel 170
 - Ringversuch 170

Schwefeldioxid 91, 169
 Schwefelgehalt 170
 – kritischer Quotient 183
 – Ringversuch 183
 schwefelvernetzter Kautschuk 168
 Schwermetall
 – Ringversuch 176
 Schwermetalle 176, 178
 Schwermetallsalze 33
 Schwimmprobe 2
 Schwimmverfahren 25, 32
 Septum 180
 sichtbare Störungen 75
 Silica 108
 Silicatkugeln 108
 Silikate 103
 Silikon 147
 SMC 124
 Soxhlet 171
 Soxhlet-Extraktion 152, 179
 Spannungs-Dehnungs-Diagramm 66
 Spezifikation 159
 Sprödbruch 19
 Spülgas 133, 135, 139
 Spurenbereich 176
 Stabilisator 178
 Stabilisatoranalytik 182
 Stabilisatoren 133
 Stabilität 181
 Standardabweichung 161, 163
 – und MAD 163
 – zwischen den Labors 163
 Standardunsicherheit 161, 164, 167
 Stickstoff 170
 – Ringversuch 171
 Stickstoffgehalt 170
 – kritischer Quotient 183
 – Ringversuch 183
 stickstoffhaltige Kunststoffe 9
 Stoffdichte 50
 Stopfdichte 51, 52
 Struktur 77
 Sulfatasche 119
 Sulfataschebestimmung 119
 synthetische Zuschlagstoffe 104

T

Talkum 105, 108, 140 f.
 Tauchkörperverfahren 34
 Teilchengröße 115
 teilkristallin 59
 Temperaturkalibrierung 139
 Textilfasern 37
 Textilglasgehalt 123
 TGA 165, 171, 173, 175
 – kritische Differenz 182
 – Ringversuch 182
 thermische Leitfähigkeit 110
 thermische Volumenkontraktion 26
 thermische Zersetzung 116, 165
 Thermisch-Mechanische Analyse (TMA)
 107
 thermisch-oxidativer Abbau 78
 Thermocoulometer 91
 Thermogravimetrie 97, 126, 165
 – kritische Differenz 182
 – Ringversuch 167, 182
 Thermogravimetrische Analyse (TGA)
 107, 120
 thermogravimetrisch ermittelte Daten
 167
 thermooxidative Reaktion 178
 Thermoplaste 17
 Thermowaage 133
 Titandioxid 103
 Titrationsverfahren 41
 titrimetrisch 168
 Toluol
 – Ringversuch 181
 top cut 106
 Torsionsmodul 65
 TPE 169
 TPE (EPM) 166
 TPE (EPR) 166
 TPU 62
 Treibmittelzusätze 2
 trocken 59
 Trockenlufttrocknung 75
 Trockenofen 97
 Trockner 76

Trocknung des Granulats 57
Trocknungstemperatur 79 f., 83
Trocknungszeit 79
Trocknungszeiten 79
Trocknungszustand 74
TVI-Test 87, 89
Twisselmann-Extraktion 152

U

ultraviolette Strahlung 166
Umesterung 76
Umlufttrocknung 75
Universalindikatorpapier 10
Unsicherheitsbeiträge 164
Unsicherheitsdaten 159
Unsicherheitsfortpflanzung 160
UV-Strahlung 179

V

VA
– kritische Differenz 182
– Ringversuch 182
Vakuumtrocknung 75, 87
Verarbeitbarkeit 103
Verarbeitung 73 f., 104
Veraschen 107, 116, 122
verbleibender Wassergehalt 71
Verbrennungsanalyse 170
Verdampfen 9
Verdünnungsreihe 35
Verfahren 107
Verformungsverhalten 100
Vergleichbedingungen 161
Vergleichsgrenze 162
Vergleichsstandardabweichung 162, 164,
170, 172, 182 f. *Siehe auch Ring-*
versuch
– Median 162
Vernetzungsgrad 168
Vernetzung von Kautschuk 169
verschmutztes Granulat 83
Verschwächung 104
verstärkte Kunststoffe 50

Verstärkungshilfsmittel 166
Verstärkungsstoffe 79
Verstärkungsstoffgehalt 111
Verunreinigungen 37
Verzug 65
VIM 160
Vinylacetat 172, 182
– kritische Differenz 182
– Ringversuch 182
Vinylacetatgehalt 173
Vinylacetat in E/VA
– Ringversuch 173
Viskosität 73, 77
Viskositätmessung 107
Volumenschumpf 26
Vorsortierung 2

W

Wärmeleitfähigkeit 110
Wasser 57, 173
– Ringversuch 174
Wasserabsorption 59
Wasseraufnahme 60, 63, 66
Wassergehalt 60, 85, 93, 174
– kritischer Quotient 183
– PA 6 174
– PET 174
– Phosphorpentoxid 174
– Ringversuch 183
Wasserlagerung 63
wasserselektive Methoden 86
Wasserstoffperoxid 121
Wasserstrahlpumpe 29
Weichmacher 171 f.
– kritische Differenz 182
– Ringversuch 166 f., 172, 182
Weichmacheranteile 132, 167
Weichmachergehalt 171
Weißbruch 19
Werkstoffverbunde 37
Werkstoff-Zusammensetzung 140
Whisker 108
Wiederholbedingungen 162, 164,
181 f.

Wiederholgrenze 162
Wiederholstandardabweichung 162f.,
182f. *Siehe* auch Ringversuch
– Median 162
Wirkungsgrad 83
Wirkung von Wasser 58
Wollastonit 105, 108
Würfel 108

Z

Zähigkeit 65
Zeitraum 68
Zellstoff 103
Zersetzung 9

Zersetzungsgeschwindigkeit 140
Zersetzungsprodukte 140
Zersetzungsprozess 166
Zersetzungsschwaden 2, 10
Zersetzungsverhalten 131f.
Zink
– Ringversuch 177
zul. Feuchte bei Spritzgießverarbeitung
80
Zusammensetzung eines Verbundwerk-
stoffes 113
Zusatzbarriere 180
Zuschlagstoffe 26
Zustandsbereiche 58
Zwischenbedingungen 162