

Schadensanalytik und Qualitätskontrolle bei polymeren Werkstoffen mittels TG-FTIR



*M. Weller, C. Ulrich, G. Twardon
Institut für Kunststoffprüfung und Kunststoffkunde IKP, Universität Stuttgart,
Pfaffenwaldring 32, 70569 Stuttgart*

Die Kopplung der beiden Analytikmethoden TGA und FT-IR kombiniert auf ideale Weise die spezifischen Vorteile beider Verfahren und ist damit eine elegante und einfache Methode zur Schadensbestimmung und Qualitätskontrolle bei polymeren Werkstoffen. Sie liefert simultan quantitative (TGA) und qualitative (FT-IR) Informationen über das thermische Stabilitätsverhalten, den Nachweis von Verunreinigungen, beschreibt den Einfluss und das Abbauverhalten von Additiven, den Mechanismus des thermischen Abbaus und das Desorptionsverhalten.

Das breit gefächerte Anwendungsspektrum reicht von der Identifizierung der Polymere über den Nachweis der erwarteten bzw. vorgegebenen Eigenschaften bis hin zum Überprüfen der Zusammensetzung bzw. der Rezeptur.

Die Thermogravimetrie ist eine Methode zur Untersuchung der auftretenden Massenänderung in Abhängigkeit von Temperatur und/oder Zeit. Auf diese Weise kann das thermische Abbauverhalten des Polymers charakterisiert werden. Die Untersuchung liefert Erkenntnisse über die thermische Stabilität sowohl des Polymers als auch der Zusatzstoffe und Additive. Fehlerhafte Materialkennwerte, wie Versprödung, Bruch, Ermüdung können z.B. durch die Bestimmung des gegebenenfalls verringerten Additivgehaltes nachgewiesen werden. Der Verlauf der thermogravimetrischen Abbaukurve ist dabei stark von der Gasatmosphäre abhängig. Möglich ist z.B. eine pyrolytische Zersetzung der Probe unter Inertgasatmosphäre (N₂) mit anschließender Untersuchung des entstehenden Rückstands.

FT-IR-Spektroskopie ist eine etablierte Methode zur Identifikation von organischen Substanzen in der Festphase ebenso wie zur Bestimmung der gasförmigen Zersetzungsprodukte einer Pyrolyse.

Aus dem Polymer bei steigender Temperatur in der TGA austretende Komponenten, wie z.B. Zersetzungsprodukte oder Additive können als Funktion der Zeit und/oder Temperatur detektiert werden. Sie werden mittels eines konstanten Trägergasstroms in die Gaszelle des FT-IR-Spektrometers transferiert und dort detektiert.

Am Institut für Kunststoffprüfung und Kunststoffkunde IKP der Universität Stuttgart wird die Kopplung von FT-IR und TGA zur Schadensbestimmung und routinemässigen Qualitätskontrolle an Bauteilen aus polymeren Werkstoffen eingesetzt. Ausgewählte Beispiele zeigen die Leistungsfähigkeit der angewandten Methode.

Bei der Untersuchung von EPDM-Proben mit unterschiedlichem Rutschverhalten auf glattem Untergrund konnten mittels FTIR-TGA Unterschiede in der Zusammensetzung (Füllstoffe, Additive) nachgewiesen werden.

FTIR-TGA-Untersuchungen von Viton-Proben, an denen zuvor das Permeationsverhalten gegen Kraftstoffmischungen (Test-Benzin, Toluol/Methanol-Gemische) bestimmt wurde, zeigten nach der Permeation deutliche Materialveränderungen.

Zur routinemässigen Qualitätskontrolle wurden verschieden eingefärbte TPU-Proben, NBR- und Polyurethan-Proben, sowie ein Weich-PVC mit 80% Weichmacher-Anteil, das als Vibrationsschutzschicht dient, untersucht.

Bei den untersuchten NBR-Materialien wurde das schwefelhaltige Vernetzungsmittel durch die Freisetzung von CS_2 nachgewiesen. Bei unterschiedlicher Versuchsführung entstand CS_2 nur in einer reinen Stickstoffatmosphäre. Bei einem Versuch in nicht ganz sauerstoffreier Atmosphäre war CS_2 nicht nachweisbar.