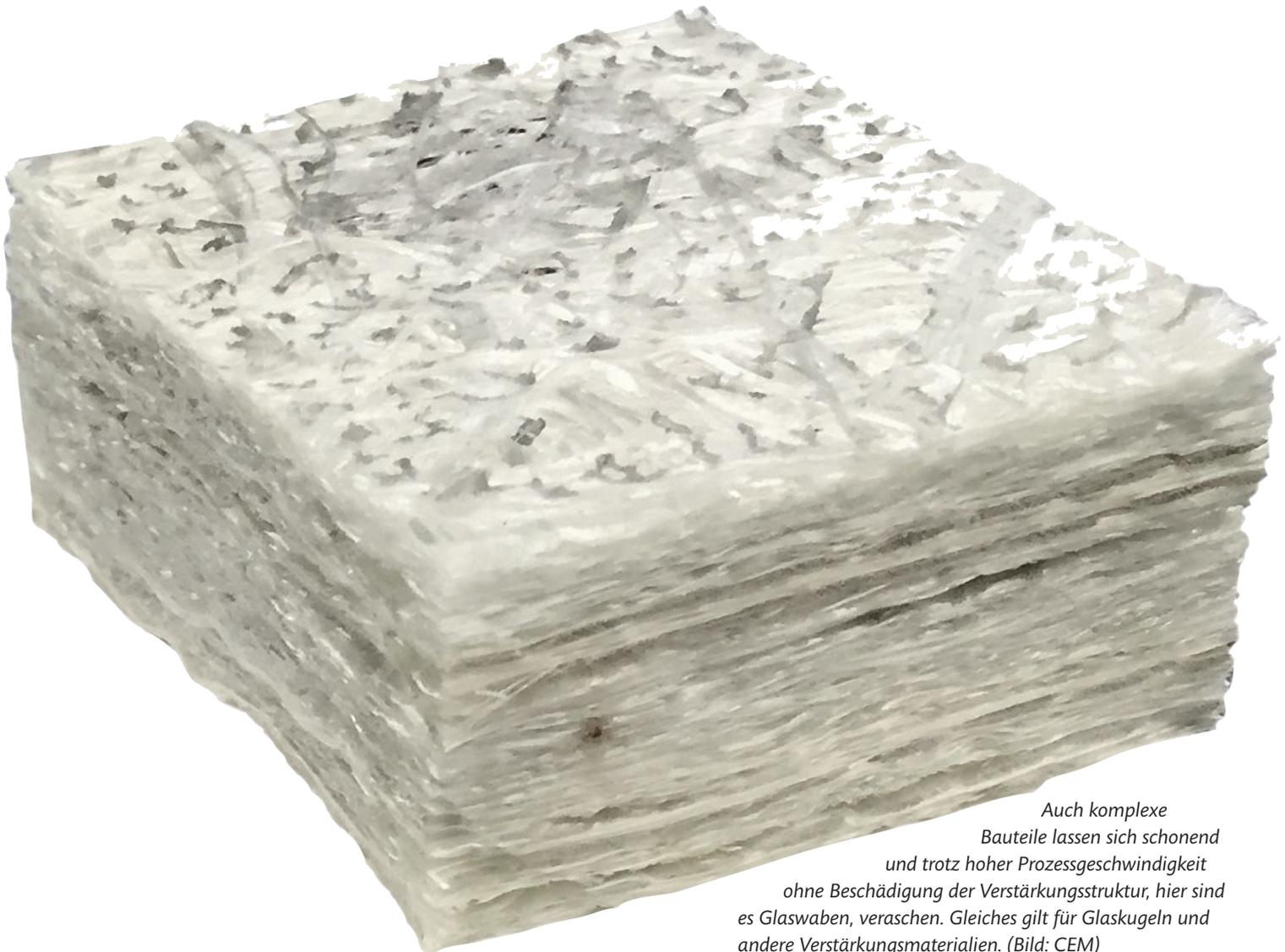


Schneller wissen was drin ist

Füllstoffbestimmung in Wareneingang und im laufenden Prozess

Durch die Zugabe von Fasern lassen sich bei Kunststoffen die mechanischen und mechanisch-thermischen Eigenschaften verbessern. Dies gilt insbesondere für Festigkeit, Steifigkeit, Härte, Wärmeformbeständigkeit, Verschleißwiderstand, Maßhaltigkeit und Feuchteaufnahme. Um die in Datenblättern versprochenen Eigenschaften voll ausreizen zu können, ist Gewissheit über Menge und eventuell Art der Fasern und Faserlängen im Granulat und im fertigen Kunststoffteil erforderlich. Das herauszufinden ist mehr oder weniger aufwändig, je nach eingesetzter Technologie.



Auch komplexe Bauteile lassen sich schonend und trotz hoher Prozessgeschwindigkeit ohne Beschädigung der Verstärkungsstruktur, hier sind es Glaswaben, veraschen. Gleiches gilt für Glaskugeln und andere Verstärkungsmaterialien. (Bild: CEM)

Fasern im Compoundierverfahren direkt in die Schmelze zugeben, ist üblich. Häufig werden Kurzglasfasern verwendet, deren Länge im Granulat bei 300 Mikrometer liegt. Seltener werden Langfasern verwendet, deren Länge bis zu dreimal

größer ist. Zu jedem Herstellungsprozess und jeder Eingangsprüfung gehört daher die Messung des Fasergehalts. Immer häufiger werden statt Glasfasern Kohlefaser, Karbon Nanotubes und andere in das Compound eingearbeitet. Im Zeichen zertifizierter



Tragen ebenfalls zur Beschleunigung bei: Die eingesetzten Probentiegel kühlen in wenigen Sekunden ab. (Bild: CEM)

Qualitätssicherungssysteme nach ISO 9000ff, ist das Prüfen der Produktqualität in kurzen Abständen und bei Abweichungen das schnelle Eingreifen in den Prozess erforderlich.

Dieser Forderung steht eine Veraschungszeit von mehreren Stunden im konventionellen Muffelofen gegenüber, viel zu lange, um aufgrund der Messergebnisse noch wirksam in die Produktion eingreifen zu können oder bei der Warenanlie-

ferung die Abladung zu beeinflussen. Auch in Forschung und Entwicklung, beispielsweise beim Recycling, wird eine schnelle, flexible Versuchsdurchführung immer wichtiger. Hier sollen die Phönix Black Muffelöfen eine deutliche Zeitverkürzung bei gleichbleibender analytischer Qualität ermöglichen. Reglementiert ist die Bestimmung des Aschegehaltes in ISO 3451, die die Trockenveraschung und Sulfatveraschung beschreibt. Hier wird ein Mikrowellen-Muffelofen mit mehreren zu regelnden Veraschungstemperaturen und deren Toleranzen genannt. Die Muffelöfen der Phönix Black-Familie erfüllen diese Regularien laut Anbieter CEM präzise.

Speziell diese kurzen Veraschungszeiten kommen den aktuell typischen Randbedingungen der Produktion entgegen: Schnellere Produktion, kontinuierliche Verfahren und Automatisierung erfordern kurze Reaktionszeiten in der überwachenden Analytik. Aber auch die Verlagerung der Messung vom Labor in die Produktion, robuste Apparaturen mit „Handschuhtauglichkeit“ sowie der Einsatz nur „angelernten“ Personals sind zu berücksichtigen.

Der Schnell-Muffelofen soll verstärkte Kunststoffe in wenigen Minuten analysieren. Unter Veraschungen versteht man die thermische Zersetzung kohlenwasserstoffhaltiger Produkte, in denen die anorganischen Bestandteile zurückbleiben. Bei Einsatz konventioneller Muffelöfen wird eine Probe in einen Tiegel eingewogen, der vorher getrocknet oder ausgeglüht wurde. Anschließend wird das Probengut in den Ofen gegeben, in dem es in der Regel mehrere Stunden bis zur Gewichtskonstanz verbleibt. Danach wird der Tiegel aus dem Ofen entnommen und zum Abkühlen für gut eine Stunde in einen Exsikkator gegeben,

Polymer	Probe (g)	Füllstoff Typ	%	Aschezeit [min.]	
				Konv. Ofen	Phoenix
Ethylen Vinyl Ac.	4,0	Bariumsulfat	75	30	5
Nylon 6	3,0	Ungefüllt	0,3	60	5
Nylon 66	2,5	Glas	30-35	60	6
Polycarbonat	1.0	Glas	10-20	30	10
Polyetherimid	1.0	Glas	30	120	20
Polyethylen	1.0	Talkum	12-40	60	10
Polystyrol	4.0	Pigment	40	60	10
Polysulfon	3.0	Glas	5-70	440	10
Neopren	1,3	Ruß	4	840	40

Schneller zum Prüfergebnis: Gegenüberstellung der Veraschungszeiten in konventionellen Muffelöfen (vorletzte Spalte) und Phoenix (rechte Spalte). (Bild: CEM)

ehe die Rückwiegung folgt. Dieser relativ einfache Prozess ist arbeits- und zeitintensiv, was vor allem ein schnelles Zugreifen in laufende Produktionen verhindert.

Abhilfe schaffen sollen die Phönix Black Muffelöfen. Zur Trockenveraschung dient die Variante Phönix Black, für Nassveraschungen mit Schwefelsäurezusatz (Sulfataschen) das System Black SAS. Als Vorteile dieser Technik nennt CEM die drastische Zeitreduktion und das „saubere“ Arbeiten. Was mit der konventionellen Technik Stunden benötigte, werde mit der Phönix-Technik nun in Minuten erreicht.

Die schnellen Veraschungen basieren auf der „Ofen-im-Ofen-Technik“. Um den heißen inneren Ofenteil mit den Proben wird ein Luftstrom geführt. Dabei bleibt die heiße Muffel außen kalt, Verbrennungen des Bedieners sind nicht möglich. Durch die poröse Muffel dringt diffusiv Luft zum schnellen Veraschen/Oxidieren ins Innere vor. Dort werden die Kunststoffproben mit einem Überschuss an Luft schnell verascht. Die Tiegel, tauglich für Temperaturen bis 1200 Grad Celsius, lassen sich mit einem Hochtemperatur-Markierungsstift beschriften. Zudem bieten diese Tiegel den Vorteil, innerhalb weniger Sekunden abzukühlen, ohne Feuchtigkeit aufzunehmen. Somit ist das Überführen in den Exsikkator hinfällig. Ein Abluftrohr am Gerät verhindert Ablagerungen an Gerät und in der Umgebung. Die Raumluft und somit auch der Anwender werden nicht belastet.

Das zu prüfende Materialspektrum ist breit. Neben eine Vielzahl von Kunststoffen lassen sich Gummiarten mit Glaskugeln, Glasfasern, Glaswaben und anderen Füllstoffen schonend prüfen.

Neben anorganischen Füllstoffen wie Glasfaser oder Glaskugeln werden auch organische Füllstoffe wie Holzmehl, Kohlefaser, Ruß, Carbon Nanotubes etc eingesetzt. Da sich diese organischen Füllstoffe zu einer anderen Zeit mit dem Sauerstoff

umsetzen, als das Polymer, arbeitet das Phönix Black MIV mit Inertgas-Atmosphäre. Damit wird das Polymer verascht und die freigelegten Kohlenstoff-Füllstoffe bleiben unversehrt zurück.

Flexibilität – Nassveraschung beschleunigen

Für Nassveraschungen gelten weitere Vorschriften zur Bestimmung des Glührückstands nach Schwefelsäure-Behandlung der Probe. Neben ISO 3451, die auch die Sulfatveraschung von Kunststoffen beschreibt, ist für die Prüfung von Kautschuk, Elastomeren und Kunststoffen die Sulfatasche gemäß DIN 53568, Teil 2 sowie ISO 247 (Rubber – Determination of ash) vorgeschrieben. In der PVC-Industrie wird der Kreideanteil von PVC-Formteilen als Sulfatrückstand nach vorheriger Nassveraschung bestimmt. Das ist ein langwieriger Prozess und zudem für den Bediener unangenehm. Das Probengut wird in einem Porzellan- oder Platintiegel mit Schwefelsäure versetzt, danach auf offener Flamme vorverascht und anschließend im konventionellen Muffelofen bei etwa 600 oder 950 Grad Celsius verascht. Neben dem bis zu zwölf Stunden dauernden Prozess stört das Handling der abrauchenden, gesundheitsgefährdenden Schwefelsäure. Im Nachgang sind oft aufwendige Reinigungsarbeiten am Abzug erforderlich.

Hinsichtlich Geschwindigkeit, Arbeitsschutz und Bedienerkomfort soll das Phönix-System auch hier die bessere Alternative sein. Die komplette Veraschung inklusive Vorveraschung geschieht im Gerät, das eine doppelte Absaugung der sauren und teilweise toxischen Verbrennungsprodukte gewährleistet. Ein Quarzrohr führt zu einer Abscheide- und Neutralisationseinrichtung aus Waschflaschen und Aktivkohlefilter. Die Veraschungsdauer verkürzt sich auf etwa 60 Minuten bei gleichzeitiger Veraschung von maximal 15 Proben.

CEM. www.cem.de



Nassveraschung mit Schwefelsäure in nur etwa 560 Minuten und ohne Gesundheitsgefährdung der Mitarbeiter. (Bild: CEM)