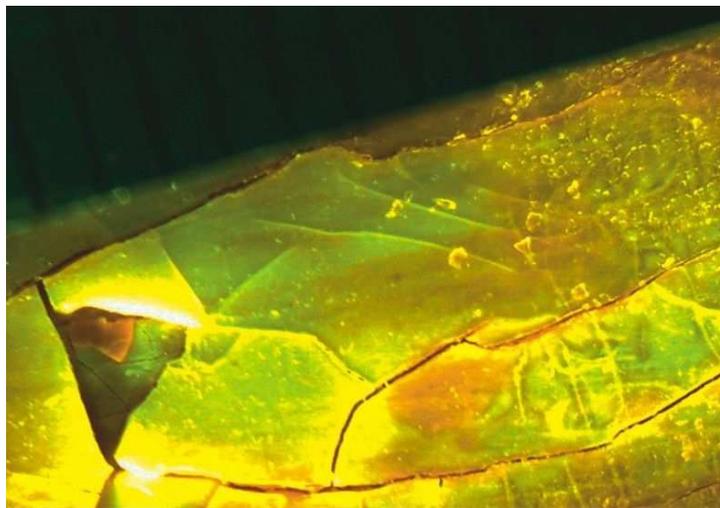


# Anwendungsbeispiel 1: Duromeranalytik

- Duromere finden vielfältig Anwendungen



- Bei Materialschäden ist es schwierig fehlerhafte Zusammensetzung zu identifizieren

# Anwendungsbeispiel 1: Duromeranalytik

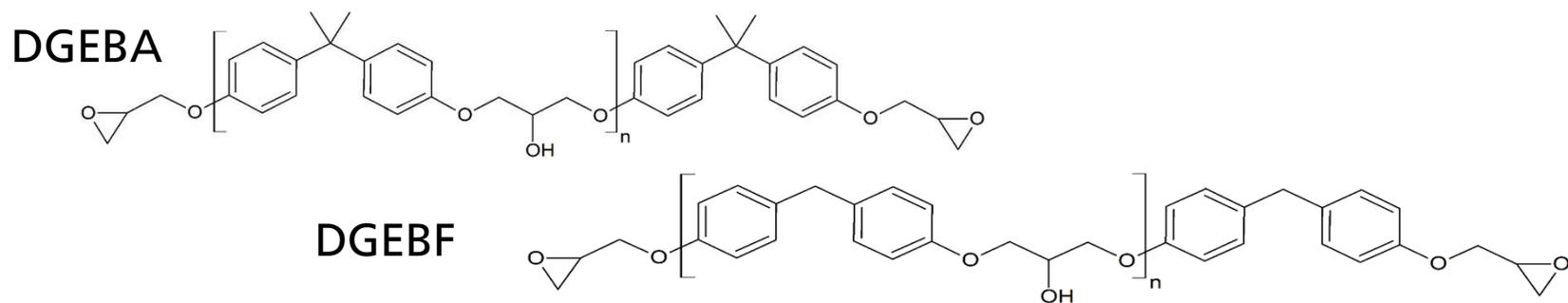
- Duromere sind vernetzt, daher nicht löslich
- Analytik mit Methoden, die ein Lösen der Proben benötigen, nicht möglich
- Mit Festkörper-Routinemethode IR, DSC mögliche Aussagen zu Harz-Typ, z.B. Epoxidharz oder Urethanharz
- Keine Aussage, welches Harz genau bzw. welche anderen Komponenten



- Mehrere Studienarbeiten zur Entwicklung einer Duromeranalytik zur Schadensanalyse mittels Pyrolyse-GCMS
- Aufbau einer Datenbank

# Anwendungsbeispiel 1: Duromeranalytik

- 3 Duromere, von denen eins fehlerhafte Eigenschaften aufwies
- Fragestellung: Nachweis, ob DGEBA oder DGEBF als Harz verwendet worden ist



Seite 3

# Anwendungsbeispiel 1: Duromeranalytik

- Pyrogramm von DGEBA  
Charakteristisches Signal

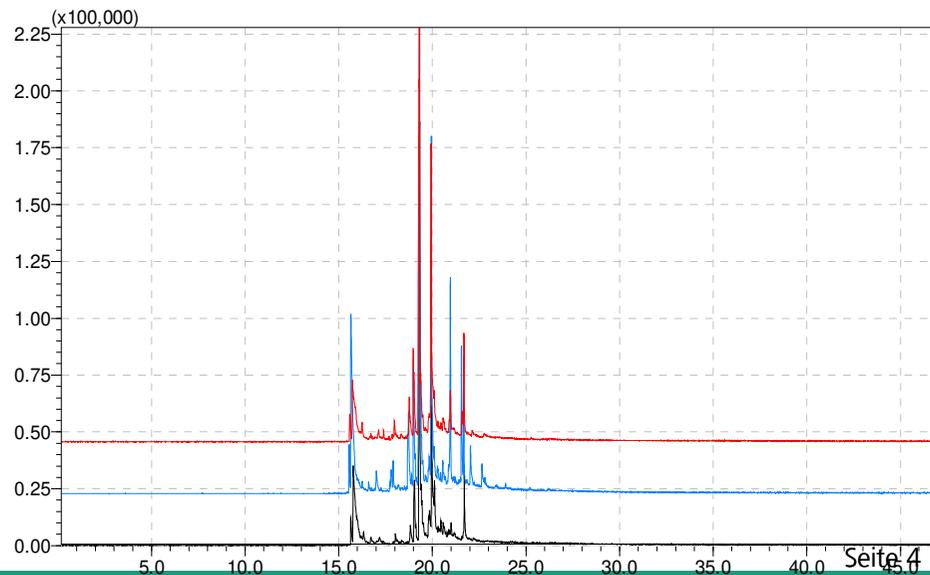
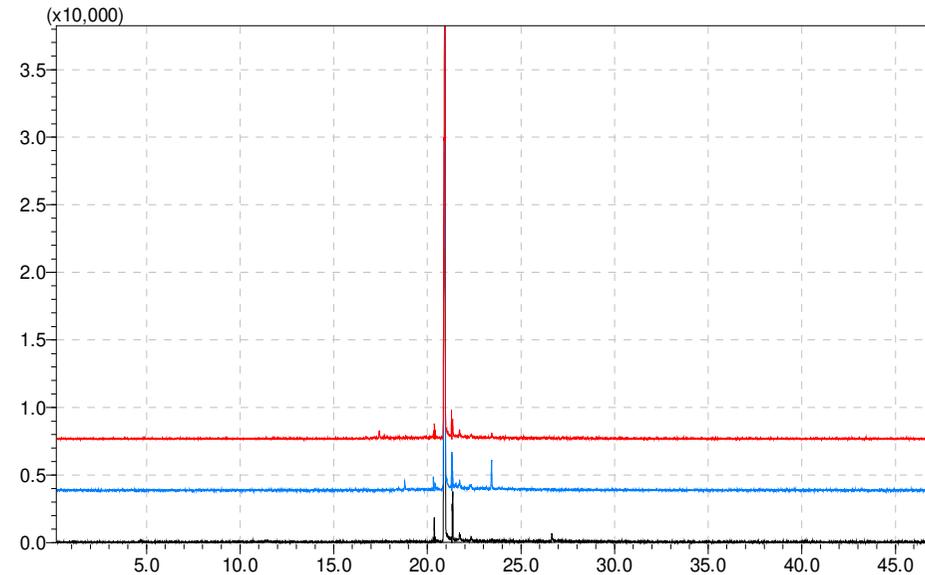
- 20,9 min (m/z = 114)

- Pyrogramm von DGEBF  
Charakteristische Signale

- 15,8 min (m/z = 118)

- 19,3 min (m/z = 114)

- 19,9 min (m/z = 114)



Seite 4

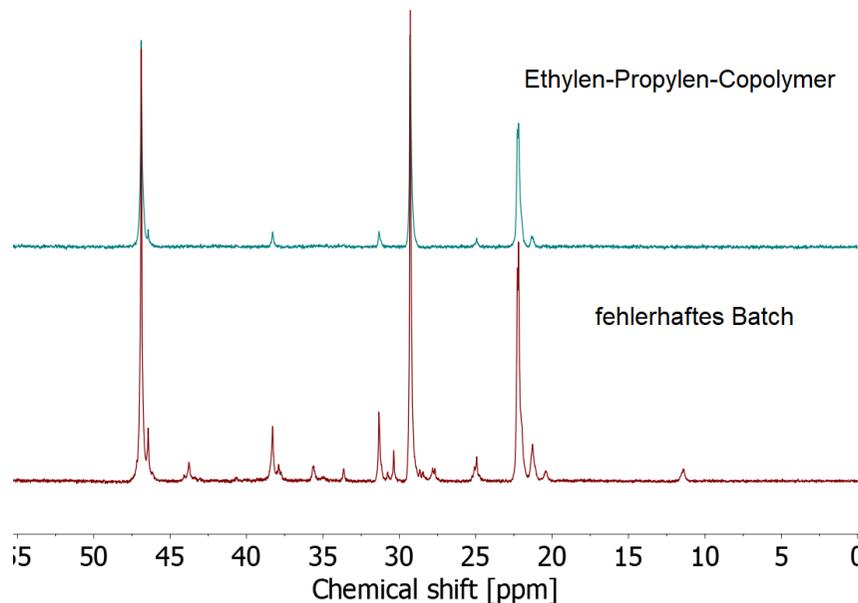
# Anwendungsbeispiel 1: Duromeranalytik

FAZIT: Beim fehlerhaften Duromer wurde anstelle von DGEBF versehentlich DGEBA eingesetzt:

Probe	Harz	Härter
i.O. (1)	DGEBF	M-DEA
i.O. (2)	DGEBF	IPDA
n.i.O. (3)	<b>DGEBA</b>	DICY

# Anwendungsbeispiel 2: Polyolefinanalytik

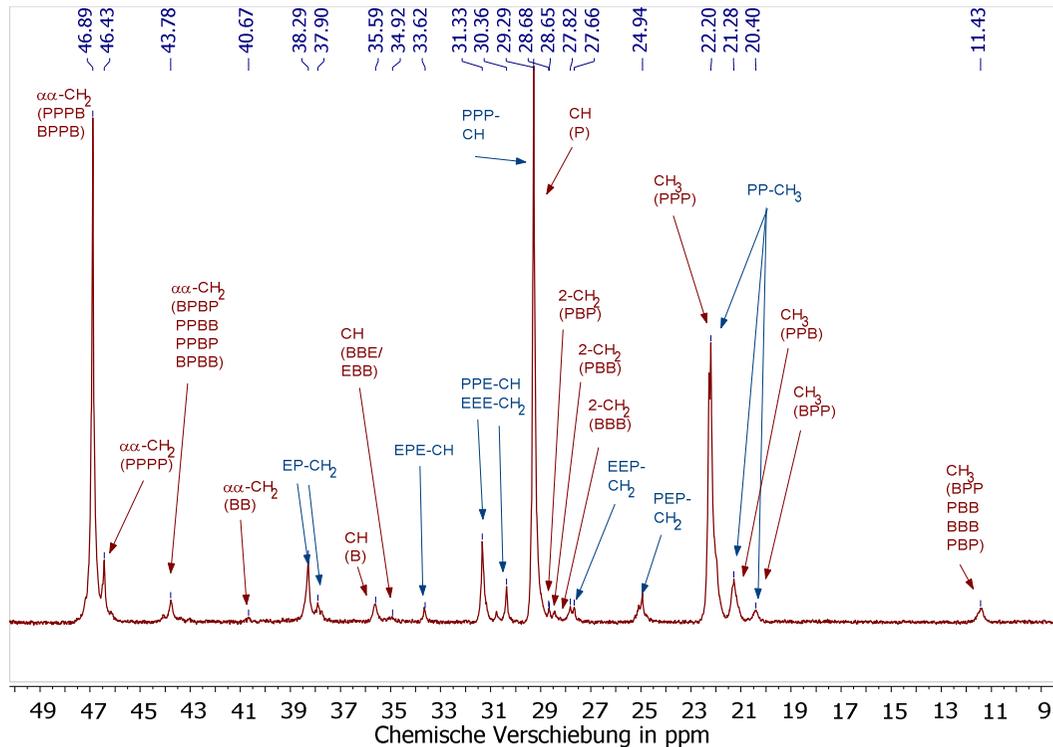
- Material: Ethylen-Propylen-Copolymere
- Ein Batch zeigt fehlerhafte Eigenschaften im Endprodukt
- Technik: quantitative  $^{13}\text{C}$ -NMR (Hochtemperatur-NMR bei 130 °C)



- Zusätzliche Signale nicht durch SCB oder Kopf-Kopf- bzw. Schwanz-Schwanz-Verknüpfungen erklärbar
- Batch als Ethylen-Propylen-1-Buten-Terpolymer identifiziert

# Anwendungsbeispiel 2: Polyolefinanalytik

## ■ Quantitative Auswertung: Zuordnung aller Signale



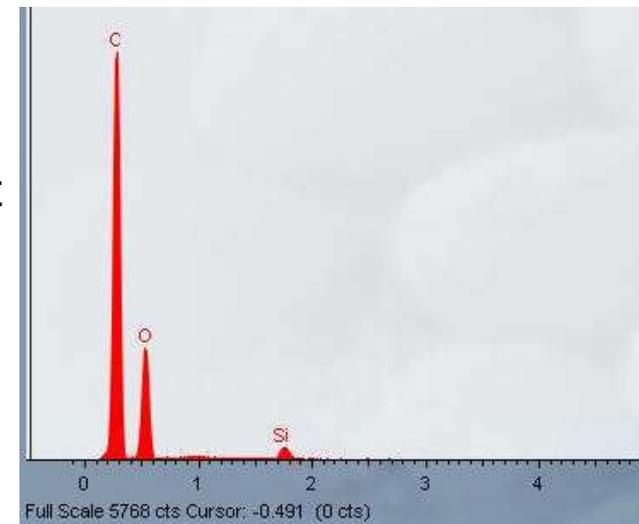
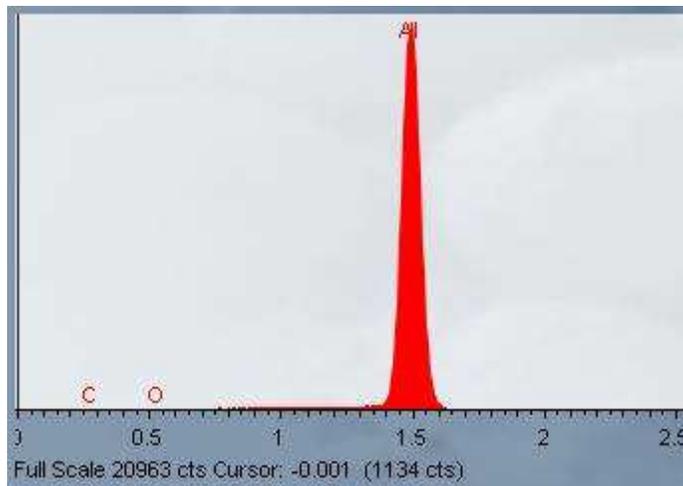
## ■ Auswertung liefert:

- P-, E- und 1-Bu-Gehalte
- Mittlere Blocklängen
- Sequenztriaden (EEE, EEP, PEP, BPB, EBB, ...)

# Anwendungsbeispiel 3 (a): Elektronenmikroskopie

- Material: Alu-Folien mit Schlieren
- Frage: Enthalten Schlieren Silizium? (Fehlerursache ausschließen)
- Technik: REM-EDX

Referenzfolie  
mit Silizium beschichtet



Folie mit Schlieren:

REM-EDX zeigt keine Si-Bande

→ **Fehlerquelle konnte ausgeschlossen werden**

# Anwendungsbeispiel 3 (b): Elektronenmikroskopie

- Material: Verklebte Kunststoffe lösen sich
- Frage: Morphologie der Grenzfläche zum Kleber
- Technik: Cryo-Ultramikrotom, TEM des Querschnitts

- 60 nm Dünnschnitte bei -50 °C erzeugt
- TEM-Aufnahmen bis 20k-fache Vergrößerung



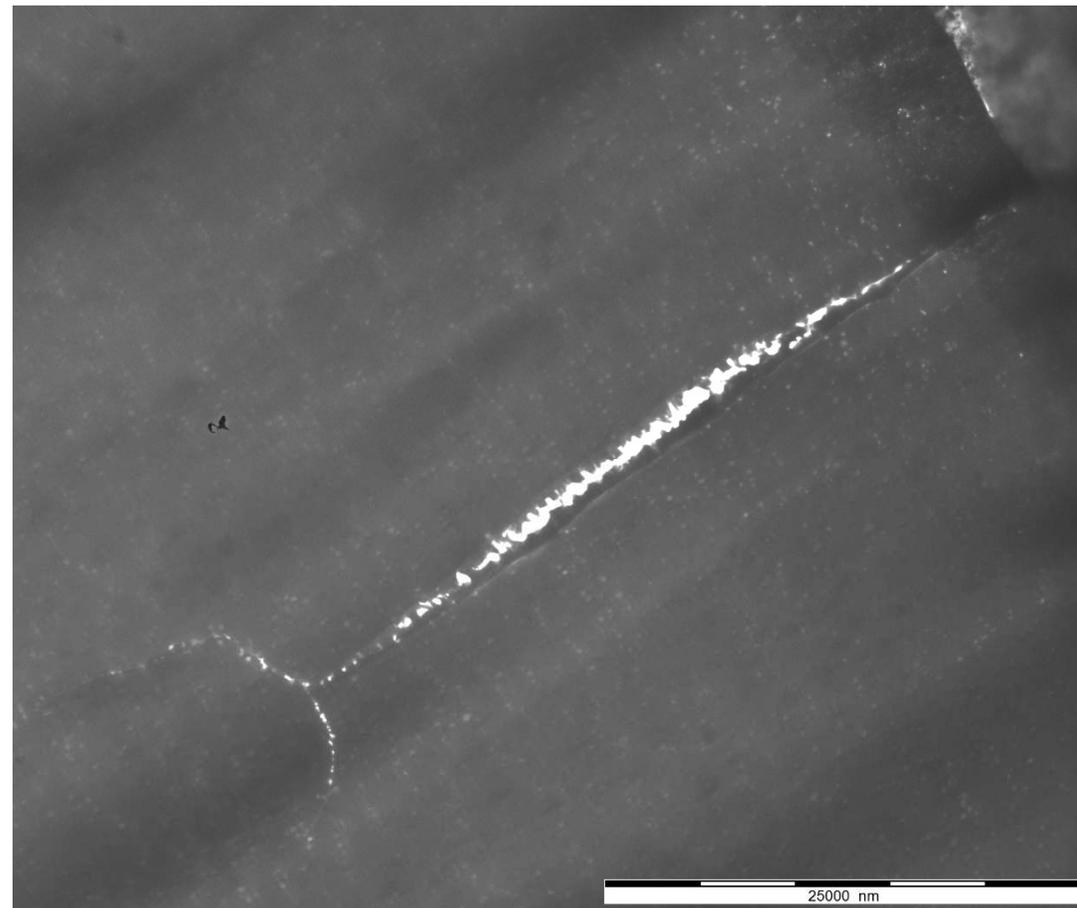
# Anwendungsbeispiel 3 (b): Elektronenmikroskopie

Kunststoff

Kleber

Fazit:

- Inhaltsstoffe des Klebers verursachten an der Grenzfläche Mikrorisse, die bis zu 50  $\mu\text{m}$  in den Kunststoff hineinragten
- Weichheit des Kunststoffs führte zum Verschluss der Risse an der Oberfläche, waren als solche nicht mit LM erkennbar



Seite 10