



Abb. 1: Gehärtetes Epoxidharz auf einem MALDI-Target mit Massenspektrum.
Fig. 1: Cross-linked epoxy resin on MALDI target with mass spectrum.

DUROMERANALYTIK
THERMOSET ANALYSIS

Methodenentwicklung zur Bestimmung der Harze und Härter in gehärteten Epoxidharzen.

Development of methods for determining the resins and hardeners in crosslinked epoxy resins.



Abb. 2: Gehärtetes Epoxidharz.
Fig. 2: Cross-linked epoxy resin.

Contact: Dr. Frank Malz · Telephone: +49 6151 705-8763 · frank.malz@lbf.fraunhofer.de

Derzeit ist eine chemische Analyse von Duromeren nicht möglich. Für die Schadensanalytik und Produktentwicklung ist es jedoch essentiell, Information über die chemische Zusammensetzung zu erhalten. Demzufolge besteht ein hoher Bedarf an einer geeigneten Charakterisierungsmethode. Das Fraunhofer LBF erarbeitet eine Analytik zur Identifizierung der verwendeten Harze und Härter in Duromeren.

LDI-ToF-MS zur Materialcharakterisierung von gehärteten Epoxidharzen

Duromere haben sich in den vergangenen Jahrzehnten zu Hochleistungswerkstoffen entwickelt, die über exzellente mechanische Eigenschaften und hohe Temperatur- und Chemikalienbeständigkeit verfügen. Die Eigenschaften eines Duromers werden hauptsächlich vom eingesetzten Harz und zugesetzten Härter bestimmt. Bisher existiert jedoch keine analytische Methode, mit der an einem Duomer die eingesetzten Harze und Härter identifiziert werden können. Daher ist es das Ziel des Fraunhofer LBF, eine Duromeranalytik aufzubauen, mit der Duromere erstmalig chemisch charakterisiert werden.

Die LDI-ToF-MS (Matrix-freie LDI-ToF-MS, Laser Desorption/Ionization Time-of-Flight Mass Spectrometry) ist daher zur Identifizierung der verwendeten Harze und Härter evaluiert worden. Dieser Ansatz sieht vor, mittels intensivem Laserimpuls Fragmente aus dem Netzwerk »herauszusprengen«, deren Massenzahlen dann Rückschlüsse auf die eingesetzten Harze und Härter liefern. Von einer Auswahl an industriell relevanten Epoxidharzen und Härtern wurden gehärtete Modellharzsysteme hergestellt (Abb. 2). Lösungsmittel, Konzentration und Art der Auftragung der erhaltenen Suspension auf das Target wurden so optimiert, dass reproduzierbare und von Targetsignalen freie LDI-ToF-MS-Spektren erhalten werden (Abb. 1). Durch systematische Kombination von Harz und Härtern gelang es für die untersuchten Harze und Härter generell spezifische Peaks zu identifizieren und eine Spektren-Datenbank aufzubauen.

An Duromeren, bestehend aus einem Härter und zwei Harzen, wurde der Beweis erbracht, dass auch mehrere Harzkomponenten nebeneinander nachgewiesen werden können. Abschließend wurde in einer Konzeptstudie belegt, dass mit der erarbeiteten

Spektren-Datenbank das verwendete Harz und die Art des Härters eines kommerziellen 2-Komponenten-Klebers erfolgreich identifiziert werden konnten.

Durch diese Arbeiten wurde erstmals belegt, dass auch nach Aushärtung Informationen über die eingesetzten Härter und Harztypen zu gewinnen sind.

Customer Benefits With the LDI-ToF-MS, there is an analysis process available that for the first time enables plastics processing companies and users to have their thermoset materials characterized at the Fraunhofer LBF. Such companies can use this information to improve their products or even to develop new types of thermoset materials and bring them to market. Moreover, if damage occurs, there are now new ways of discovering whether the resins or hardeners used have a chemical identity in relation to the master batch if material failure occurs.

Summary Knowledge of the chemical composition of thermoset materials in respect of resin and hardeners is very important for failure analysis and product development. As thermoset materials are insoluble, there is currently no method of obtaining this information. The Fraunhofer LBF therefore developed a new method which is based on a solids analysis. The LDI-ToF-MS was evaluated in defined manufactured thermoset materials (epoxy resins). Specific fragments were identified both for the resins and also for the hardeners, and a spectrum database was set up. Using a sample of a cross-linked 2-component adhesive, its components (resin and hardeners) were successfully identified.

»Mittels massenspektrometrischer Detektion bestimmen wir die einzelnen Komponenten an ausgehärteten Epoxidharzen.«

Dr. Frank Malz