



## pro-K Fluoropolymergroup

Technisches Merkblatt 04  
*Qualitätsanforderungen und  
Prüfrichtlinien für PTFE-Produkte*

## Vorwort

Das vollfluorierte Hochleistungspolymer Polytetrafluorethylen (PTFE) ist der am meisten eingesetzte Fluorkunststoff und hat sich aufgrund seiner einzigartigen Eigenschaften als unverzichtbarer Werkstoff in der modernen Industriegesellschaft etabliert.

Als außergewöhnliche Eigenschaften von PTFE sind die hervorragende und breite Chemikalienbeständigkeit, der breiteste Temperatureinsatzbereich, die exzellenten (di)elektrischen Eigenschaften, die Beständigkeit gegen Versprödung, die Alterungsbeständigkeit sowie die hohe Reinheit des Werkstoffes hervorzuheben.

Dieses Technische Merkblatt informiert über die Qualitätsanforderungen und Prüfrichtlinien zur Beurteilung von Halbzeugen aus Polytetrafluorethylen (PTFE), welche Voraussetzungen für qualitativ einwandfreie PTFE-Erzeugnisse sind.

Das vorliegende Technische Merkblatt ersetzt in Teilen und erweitert das vom Gesamtverband Kunststoffverarbeitende Industrie e.V. (GKV), herausgegebene Merkblatt „Qualitätsanforderungen, Prüfrichtlinien und Toleranzen für PTFE-Produkte“ von 1993.

Das Technische Merkblatt wird von der pro-K Fluoropolymergroup herausgegeben. Das Merkblatt gibt den Wissensstand von Januar 2020 wieder und ersetzt das Merkblatt von Juli 2014, September 2017 und März 2019.

Bildnachweis (Vorderseite): © Heute+Comp GmbH

### Wichtiger Hinweis:

Diese Ausarbeitung dient lediglich Informationszwecken. Die in dieser Ausarbeitung enthaltenen Informationen wurden nach derzeitigem Kenntnisstand und nach bestem Gewissen zusammengestellt. Der Autor und pro-K übernehmen jedoch keine Gewähr für die Richtigkeit und Vollständigkeit der Informationen. Jeder Leser muss sich daher selbst vergewissern, ob die Informationen für seine Zwecke zutreffend und geeignet sind.

Stand: Februar 2020

### Fluoropolymergroup

Die Fluoropolymergroup ist eine Fachgruppe von pro-K Industrieverband langlebige Kunststoffprodukte und Mehrwegsysteme e.V.; Mainzer Landstr. 55, D-60329 Frankfurt am Main; Tel.: +49 (0)69 - 40 89 555 43

E-Mail: [info@pro-kunststoff.de](mailto:info@pro-kunststoff.de); [www.pro-kunststoff.de](http://www.pro-kunststoff.de)

pro-K ist Trägerverband des Gesamtverband Kunststoffverarbeitende Industrie e.V. (GKV)

## Inhaltsverzeichnis

1. Geltungsbereich
2. Dichte
  - 2.1 Prüfverfahren
  - 2.2 Mindest- und Maximalwerte
  - 2.3 Erläuterungen
3. Reißfestigkeit und Reißdehnung
  - 3.1 Prüfverfahren
  - 3.2 Mechanische Bearbeitung von Probekörpern
  - 3.3 Mindestwerte
4. Kugeldruckhärte und Härte Shore D
  - 4.1 Prüfverfahren
    - 4.1.1 Kugeldruckhärte
    - 4.1.2 Härte Shore D
  - 4.2 Typische Werte
5. Porengehalt
  - 5.1 Prüfverfahren
    - 5.1.1 Stabilisierte Gleichspannung
    - 5.1.2 Porositätsindikatoren
  - 5.2 Maximalwerte
6. Durchschlagsfestigkeit, Durchgangswiderstand und spezifischer Oberflächenwiderstand
  - 6.1 Prüfverfahren
  - 6.2 Mindestwerte
7. Halbzeuge aus gefülltem PTFE (PTFE-Compounds)
8. Bestimmung von Schmelzpunkt, Kristallinität und Füllstoffgehalt für PTFE und PTFE-Compounds
  - 8.1 Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)
  - 8.2 Thermogravimetrische Analyse (TGA)
  - 8.3 Beispiele Temperaturregime
9. Deformation unter Last
  - 9.1 Prüfverfahren
  - 9.2 Auswertung

## 1. Geltungsbereich

Diese Qualitätsanforderungen und Prüfrichtlinien dienen zur Beurteilung von Halbzeugen aus Polytetrafluorethylen (PTFE und modifiziertes PTFE). Die aufgeführten Forderungen bezeichnen die Grenzwerte, die Voraussetzung für qualitativ einwandfreie PTFE-Erzeugnisse sind.

Gelegentlich finden sich in der Praxis noch so genannte „Durchschnittswerte“; die Schwankungsbreite der Abweichungen kann dabei sehr groß sein. In solchen Fällen ist eine genaue Eingrenzung des für den Durchschnitt geltenden Toleranzbereichs zu fordern, damit die physikalischen Eigenschaftswerte verglichen werden können.

Die im Folgenden beschriebenen Prüfungen sind in einem klimatisierten Prüfraum durchzuführen. Es gelten die Vorgaben, wie sie in DIN EN ISO 20568-2 (Plastics — Fluoropolymer dispersions and moulding and extrusion materials) beschrieben sind.

Zur Bestimmung der Dichte werden die vorgefertigten Prüfkörper entsprechend ISO 291 bei einer Labortemperatur von  $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  mindestens 4 Stunden vorkonditioniert. Die anderen Prüfungen erfordern keine Vorkonditionierung. Die Bestimmung der Dichte erfolgt bei einer Labortemperatur von  $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ .

Da Fluorpolymere keine Feuchtigkeit aufnehmen ist die Einhaltung einer konstanten Luftfeuchtigkeit während des Prüfens nicht notwendig. Eine Feuchtigkeitsüberwachung des Prüfraums ist nicht verpflichtend. Für Prüfungen an vorkonditionierten Proben in Pulver- oder Pellet-Form ist jedoch sicherzustellen, dass keine Kondensation von Luftfeuchtigkeit auf der Oberfläche der Pulver- oder Pellet-Partikel erfolgt.

Die Bestimmung des Schmelzfluss-Index und der kristallinen Schmelzpeak-Temperatur erfolgt unter Standard Laborbedingungen.

## 2. Dichte

### 2.1 Prüfverfahren

DIN EN ISO 1183-1 Kunststoffe - Verfahren zur Bestimmung der Dichte von nicht verschäumten Kunststoffen - Teil 1: Eintauchverfahren, Verfahren mit Flüssigkeitspyknometer und Titrationsverfahren mit folgenden Forderungen:

- möglichst kompakter Probekörper, Masse vorzugsweise 1 g bis 50 g
- Waagengenauigkeit bei Probekörpern:
  - a) 0,1 mg bei  $\leq 10\text{ g}$
  - b) 1 mg bei  $> 10\text{ g}$
- Verwendung einer geeigneten Flüssigkeit: vorzugsweise eine PTFE benetzende Flüssigkeit oder destilliertes Wasser mit nicht mehr als 0,1 % eines Benetzungsmittels
- Temperatur der Eintauchflüssigkeit  $23 \pm 2\text{ °C}$

- Bestimmung an mindestens 3 Probekörpern mit Ausgabe des Mittelwertes mit maximal 3 Nachkommastellen in  $\text{g/cm}^3$

## 2.2 Mindest- und Maximalwerte

Dichte für ungefülltes PTFE und modifiziertes PTFE:  $2,12 - 2,20 \text{ g/cm}^3$

## 2.3 Erläuterungen

PTFE-Halbzeuge mit niedrigem Molekulargewicht haben eine höhere Dichte bzw. solche mit höherem Molekulargewicht weisen eine niedrigere Dichte auf. Das bedeutet, dass man bei der Beurteilung der Dichte den Einfluss des verwendeten PTFEs beachten muss.

Geringe Dichte deutet auf ein niedrig-kristallines und damit flexibles Material hin. Werte unterhalb  $2,12 \text{ g/cm}^3$  sprechen für geringe Verdichtung und hohe Porosität.

Hohe Dichte deutet auf ein höher-kristallines und damit steiferes Material hin. Dichtewerte oberhalb der Toleranz sprechen für veränderte physikalische Werte, die von dem Rohstoff oder aus einer Übersinterung herrühren können und u. a. auf einen thermischen Abbau schließen lassen.

Compounds mit Beimischungen von z. B. Glas, Graphit, Kohle, Bronze weisen füllstoffbezogen eine andere Dichte auf.

## 3. Reißfestigkeit und Reißdehnung

### 3.1 Prüfverfahren

DIN EN ISO 527-1:1996-04 Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 1: Allgemeine Grundsätze

Der Zugversuch nach dieser Norm dient zur Beurteilung des Verhaltens von Fluorkunststoffen bei einachsiger Beanspruchung auf Zug. Die Prüfung wird an bestimmten Probekörpern unter festgelegten Bedingungen für die Vorbehandlung, das Prüfklima und die Prüfgeschwindigkeit durchgeführt. Der Zugversuch dient in erster Linie zur Qualitätskontrolle unter Verwendung folgender Parameter:

- Verwendung des SPI-Standard FD-105 (Abb. 1) als Probekörper
- Prüfgeschwindigkeit: 50 mm/min
- Dicke Probekörper: 0,5 - 3 mm; vorzugsweise 1 mm für PTFE und 1,5 mm für PTFE-Compounds
- Einspannlänge: 22 mm
- empfohlen wird die Verwendung eines Extensometers mit einer Messlänge von 10 mm
- empfohlen wird eine Kraftmesszelle der Größe 500 N
- empfohlen wird das Anlegen einer Vorlast zur Festlegung des Nullpunktes, gemäß Tabelle 1.

Tabelle 1 Vorlast in Abhängigkeit der Prüftemperatur für PTFE und PTFE-Compounds

Prüftemperatur [°C]	Vorspannung [N/mm <sup>2</sup> ]	Vorkraft für FD-105 1 mm Dicke [N]	Vorkraft für FD-105 1,5 mm Dicke [N]
23	0,4	2	3
38	0,3	1,5	2,25
100	0,15	0,75	1,13
150	0,10	0,50	0,75
200	0,05	0,25	0,38
250	0,05	0,25	0,38

Innerhalb der Einspannlänge darf der Materialfluss nicht behindert werden. Durch den Einsatz eines Extensometers ergeben sich für die Reißdehnung Abweichungen zur Prüfung ohne Extensometer (Traversenmessung). Für PTFE-Compounds fällt die Reißdehnung bei Verwendung eines Extensometers compoundabhängig in der Regel höher aus. Dies wird in der Übersicht Kap.7 Tabelle 3 durch einen Korrekturfaktor Reißdehnung  $k_r$  berücksichtigt.

Bei Überschreiten des o.a. Probendickenbereiches erwärmen sich die Prüfkörper während des Zugversuchs deutlich und führen somit zu einer verfälschten, reduzierten Reißfestigkeit.

Die bei den PTFE-Verarbeitern üblichen Begriffe Reißfestigkeit und Reißdehnung stehen in Übereinstimmung mit den in der DIN EN ISO 527-1 verwendeten Begriffen Bruchspannung und Bruchdehnung.

Zur Bestimmung des E-Moduls muss mit gesondertem Prüfprogramm gefahren werden. Zu Beginn der Spannungs-Dehnungs-Kurve im Bereich 0 - 0,1 % Dehnung, der zur Ermittlung des E-Moduls verwendet wird, beträgt die Prüfgeschwindigkeit 1 mm/min und wird im weiteren Verlauf auf 50 mm/min erhöht.

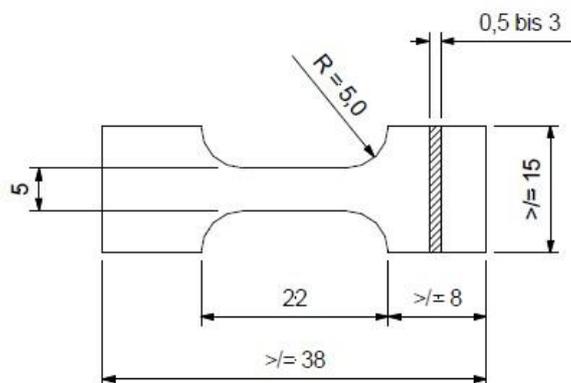


Abb. 1 Probekörper gemäß SPI-Standard FD-105.

### 3.2 Mechanische Bearbeitung von Probekörpern

Es gelten die Vorgaben der DIN EN ISO 2818:1996, Kunststoffe - Herstellung von Probekörpern durch mechanische Bearbeitung. Insbesondere bei Vorliegen von Querriefen auf der Prüfkörperoberfläche muss wegen der Kerbempfindlichkeit des PTFEs mit geringeren Werten für Reißfestigkeit und Reißdehnung gerechnet werden.

### 3.3 Mindestwerte

Tabelle 2 Mindestwerte für PTFE- Produkte

	Folien Platten gespresstes PTFE		Ramextrudiertes PTFE						Pasten- extrudiertes PTFE	
	nicht rieselfähiges PTFE-Pulver	rieselfähiges PTFE-Pulver	aus nicht vorgesintertem PTFE-Pulver		aus vorgesintertem PTFE-Pulver		aus Regenerat			
			Extrusions- richtung		Extrusions- richtung		Extrusions- richtung		Extrusions- richtung	
			längs	quer	längs	quer	längs	quer	längs	quer
Reißfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]	28,5	23,0	22,0	25,5	19,0	20,0	11,0	13,0	-	26,0
Reißdehnung [%]	300	260	230	265	190	210	90	110	-	275

## 4. Kugeldruckhärte und Härte Shore D

### 4.1 Prüfverfahren

Obwohl die Härte Shore D als ein weit verbreitetes Qualitätskriterium verwendet wird, wird dieses Messverfahren auf Grund des sehr spitzen Eindringkörpers dem relativ weichen PTFE nicht gerecht. Eine weit höhere Aussagekraft über die Produktqualität besitzt die so genannte Kugeldruckhärte, die durch Eindringen eines kugelförmigen Messkörpers in die Werkstoffoberfläche ermittelt wird. Deshalb wird empfohlen, die Kugeldruckhärte als Standardverfahren zur Härtebestimmung an PTFE- und PTFE-Compoundbauteilen zu verwenden. Anzugeben ist jeweils der Mittelwert.

#### 4.1.1 Kugeldruckhärte (gemäß DIN EN ISO 2039-1)

- Probendicke:  $\geq 4$  mm
- Abstand zum Rand:  $\geq 10$  mm
- Abstände Eindrücke:  $\geq 10$  mm
- Prüfzeit: 30 Sek.
- erforderliche gültige Messungen: 10

#### 4.1.2 Härte Shore D (gemäß DIN EN ISO 868:2003)

- Probendicke:  $\geq 4$  mm
- Abstand zum Rand:  $\geq 12$  mm
- Abstände Eindrücke:  $\geq 6$  mm
- Prüfzeit: 15 Sek.
- erforderliche gültige Messungen: 5

## 4.2 Typische Werte

Kugeldruckhärte:	28 N/mm <sup>2</sup>	(Werte gelten nur für ungeschichtete Proben)
Härte Shore D:	54	

## 5. Porengehalt

### 5.1 Prüfverfahren

#### 5.1.1 Stabilisierte Gleichspannung\*

Die Prüfung wird mit einem geeigneten Porensuchgerät mit stabilisierter Gleichspannung durchgeführt. Dazu werden Bürstenelektroden empfohlen. Die Prüfspannung (in Volt) ist von der Prüfkörperdicke abhängig. Sie sollte sich bei einer Materialdicke zwischen 0,4 und 4,2 mm wie folgt er rechnen:

Zu einer Grundspannung von 1,5 kV ist eine Zusatzspannung zu addieren. Sie ergibt sich aus der in mm gemessenen Prüfkörperdicke, multipliziert mit 2,5 kV/mm.

\*In Abstimmung mit dem Anwender kann auch in Wechselspannung geprüft werden.

Hinweis: Bei 0,4 mm würde somit die Prüfspannung  $1,5 \text{ kV} + 0,4 \text{ mm} \times 2,5 \text{ kV/mm} = 2,5 \text{ kV}$  betragen, bei 1 mm entsprechend 4,0 kV. Siehe auch VDE-Normen und ATEX-Richtlinie.

#### 5.1.2 Porositätsindikatoren

Zur Feststellung von Poren und Rissen wird die gesamte Oberfläche des zu prüfenden Teils nach Bedarf mit einem Reinigungsmittel entfettet. Nach dem Trocknen wird sie mit einer handelsüblichen Eindringfarbe durch Tauchen oder Aufsprühen überzogen. Nach ca. 5 Minuten wird das

Tränkungsmitel durch gründliches Abwischen mit Papiertüchern oder durch Abspülen entfernt. Sobald die Oberfläche trocken ist, wird sie visuell auf Poren/Risse untersucht.

## 5.2 Maximalwerte

$$\text{max. Porenzahl pro m}^2 = \frac{1,0}{\text{Materialdicke (mm) x 2}} \quad (\text{Teilwerte sind auf volle Zahlen aufzurunden.})$$

Hinweis: Die Mindestdicke von Folien sollte nicht kleiner sein als der mittlere Korndurchmesser des eingesetzten PTFE-Presspulvers.

## 6. Durchschlagsfestigkeit, Durchgangswiderstand und spezifischer Oberflächenwiderstand

### 6.1 Prüfverfahren

DIN EN ISO 12086

Plastics - Fluoropolymer dispersions and moulding and extrusion materials.

Part 2: Subclauses 8.1.1, 8.1.2 und 8.1.3

IEC 60093

Prüfverfahren für Elektroisolationstoffe, spezifischen Durchgangswiderstand und spezifischen Oberflächenwiderstand von festen, elektrisch isolierenden Werkstoffen.

Bei Angabe der festgestellten Prüfwerte ist die verwendete Elektrodenform aufzuführen.

Bei Angabe der Durchschlagsfestigkeit ist zusätzlich die Dicke der Probe anzugeben, an der die Messung durchgeführt wurde.

Aufgrund der exzellenten Isolationseigenschaften der PTFE-Produkte ergeben sich für die Durchschlagsfestigkeit hohe absolute Messwerte. Um Umgebungseinflüsse auszuschließen, sollte deshalb die Prüfung bei größeren Wandstärken ( $\geq 0,5$  mm) im Medium Halocarbonöl durchgeführt werden.

### 6.2 Mindestwerte

50 kV/mm (gemessen an Proben mit einer Dicke von  $\leq 0,5$  mm).

Hinweis: Der Wert für die Durchschlagsfestigkeit nimmt mit zunehmender Foliendicke deutlich ab.

## 7. Halbzeuge aus gefülltem PTFE (PTFE-Compounds)

Ergänzend zu den Abschnitten 2. (Dichte), 3. (Reißfestigkeit und Reißdehnung) sowie 4. (Kugeldruckhärte und Härte Shore D) gelten für Halbzeuge aus PTFE und gefülltem PTFE

(PTFE-Compounds) für Reißfestigkeit und Reißdehnung u.g. Mindestwerte. Für die Kugeldruckhärte sowie die Härte Shore D sind in Tab. 3 Mittelwerte ausgegeben. Aus Gründen der Vergleichbarkeit ist in der nachfolgenden Tabelle nur rieselfähiges Material aufgeführt.

Die Angaben bei der Reißdehnung beziehen sich auf eine Prüfung ohne Extensometer (s.g. Traversenmessung), ermittelt an unter Laborbedingungen erstellten Halbzeugen. Bei Produkten, bei denen die Zugfestigkeit höher als die Reißfestigkeit ist, wurde in der Tabelle 3 immer der Wert für die Reißfestigkeit verwendet, siehe auch DIN EN ISO 527-1.

Tabelle 3: Mindestanforderungen für Halbzeuge aus PTFE und PTFE-Compounds

Größe [Einheit] Messverfahren	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ] DIN EN ISO 1183-1	Deformation unter Last 15N/mm <sup>2</sup> 100h [%] entspr. pro-K*		Gepresste Halbzeuge		Ram- extrudierte Halbzeuge		Kugeldruckhärte MW ± 6 [N/mm <sup>2</sup> ] DIN EN ISO 2039	Shore D** MW ± 5 DIN EN ISO 868	Korrekturfaktor Reißdehnung k <sub>r</sub> bei Messung mit Extensometer
		23	100	Reißfestigkeit [MPa] DIN EN ISO 527	Reißdehnung [%] DIN EN ISO 527	Reißfestigkeit [MPa] DIN EN ISO 527	Reißdehnung [%] DIN EN ISO 527			
Prüftemperatur [°C]		23	100							
PTFE virginal	2,16 ± 0,04	18	33	23	260	19	190	28	54	0,96
PTFE modifiziert virginal	2,16 ± 0,04	9	23	26	360	20	300	29	54	0,96
PTFE + 10 % Kohle	2,14 ± 0,04	14	19	22	220	19	170	32	57	1,11
PTFE + 15 % Kohle	2,13 ± 0,04	10	14	20	200	16	140	34	59	1,14
PTFE + 25 % Kohle	2,10 ± 0,04	8	22	13	60	11	80	41	61	1,81
PTFE modifiziert + 25 % Kohle	2,10 ± 0,04	4	-	12	30	11	35	43	61	1,94
PTFE + 33 % Kohle	2,08 ± 0,06	6	15	9	40	6	20	47	63	1,65
PTFE modifiziert + 33 % Kohle	2,08 ± 0,06	3	-	10	8	6	15	53	60	1,33
PTFE + 15 % Graphit	2,16 ± 0,04	11	-	16	130	13	110	35	58	1,27
PTFE + 10 % Glas	2,19 ± 0,04	19	26	23	220	16	200	30	55	1,11
PTFE + 15 % Glas	2,21 ± 0,04	14	30	19	200	19	190	33	57	1,13
PTFE + 20 % Glas	2,22 ± 0,04	16	21	15	180	15	170	34	57	1,16
PTFE + 25 % Glas	2,23 ± 0,04	12	30	14	160	14	150	39	57	1,25
PTFE modifiziert + 25 % Glas	2,23 ± 0,04	6	-	12	280	18	200	35	56	1,07
PTFE + 40 % Bronze	3,10 ± 0,10	13	26	23	190	20	180	35	60	1,24
PTFE + 60 % Bronze	3,85 ± 0,15	8	20	14	80	13	100	44	63	1,73
PTFE + 55 % Bronze + 5 % MoS <sub>2</sub>	3,85 ± 0,15	-	-	12	50	15	100	44	62	2,09
PTFE + 50 % VA	3,35 ± 0,10	4	-	13	130	15	100	42	61	1,62
PTFE + 20 % PEEK	1,92 ± 0,04	5	-	13	50	11	80	43	61	1,95
PTFE + 10 % aromatisches Polyester	2,07 ± 0,04	11	-	18	230	14	150	34	55	1,14
PTFE + 20 % aromatisches Polyester	1,95 ± 0,04	-	-	14	160	13	120	38	56	1,30
PTFE + 10 % Kohlefaser	2,09 ± 0,04	-	-	18	180	19	210	31	58	1,16
PTFE + 20 % Kohlefaser	1,98 ± 0,04	-	-	10	70	13	120	32	59	1,48
PTFE + 7 % Polyimid	2,06 ± 0,04	-	-	22	250	20	240	30	57	1,11
PTFE + 10 % Polyimid	2,03 ± 0,04	-	-	16	220	15	150	35	56	1,05

\* gemäß ASTM D 621 wird die bleibende Deformation in der Regel nach 100 h ohne Relaxation bestimmt.

\*\* Prüfzeit: 15 s; bei 3 s Prüfzeit fallen die zu erwartenden Shore D Härten ca. um 2 höher aus

## 8. Bestimmung von Schmelzpunkt, Kristallinität und Füllstoffgehalt für PTFE und PTFE-Compounds

### 8.1 Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Die Durchführung der DSC-Analyse an PTFE-Compounds erfolgt in Anlehnung an ISO 11357-3:1999: Plastics differential scanning calorimetry. Empfohlene Probenmenge: 5 - 10 mg. Die Untersuchung beginnt unter Stickstoff-Inertgasatmosphäre.

Bei der DSC-Methode wird die Probe zunächst in einem ersten Aufheizvorgang auf 390 °C erwärmt, wobei das Kristallitschmelzverhalten bei ca. 327 °C (gesintertes PTFE) bzw. 345 °C (unge-sintertes PTFE) zur Charakterisierung des Werkstoffes dient. Ermittelt werden der Temperaturbereich der Schmelzkurve (°C) und die Schmelzenthalpie (J/g). Besonderheiten des Produktes bzw. der Sinterung im Verarbeitungsprozess werden dabei erkannt. Anschließend wird die Probe mit definierter Abkühlrate bis unter den Kristallitschmelzpunkt abgekühlt. Beim zweiten Aufschmelzen werden bleibende Produktveränderungen, z. B. bedingt durch Übersintern, erkannt.

Zur Reduzierung der benötigten Untersuchungszeit kann das Temperaturprogramm mit einer höheren Heiz- und Kühlrate, z.B. 20 K/min, gefahren werden. Bei diesem Vorgehen erhält man eine systematische Verschiebung der Messwerte.

### 8.2 Thermogravimetrische Analyse (TGA)

Die folgende Methode beschreibt eines der gebräuchlichsten Verfahren zur Bestimmung des Füllstoffgehalts in PTFE-Compounds auf der Basis von z. B. Glas, Kohle, Graphit oder Metallen.

Es wird empfohlen, zur Bestimmung des Füllstoffgehaltes die TGA-Methode (**TGA = Thermal Gravimetric Analysis**) unter Einsatz inerte und oxidierender Atmosphären anzuwenden. Der Einsatz der TGA-Methode erfolgt typischerweise im Anschluss an eine DSC-Untersuchung (**DSC = Differential Scanning Calorimetry**).

Beim zweiten Aufschmelzen wird die Aufheizung bis 650 °C weitergeführt, wobei sowohl PTFE als auch bis zu dieser Temperatur thermisch zersetzbare Füllstoffe abgebaut werden.

Anhand des ermittelten Temperaturverlustes werden der PTFE-Anteil und die Anteile der thermisch nicht-oxidativ abbaubaren Füllstoffe ermittelt. Bei 650 °C erfolgt die Umstellung auf Sauerstoff-Atmosphäre. Anschließend wird bis auf 850 °C aufgeheizt. Dabei wird anhand des weiteren Gewichtsverlustes der Anteil an oxidativ abbaubaren Füllstoffkomponenten ermittelt.

Oxidierbare, thermisch nicht abbaubare Füllstoffe, z. B. Bronzen, erkennt man an dem oxidationsbedingten Gewichtsanstieg.

Die Untersuchungen sind unter Berücksichtigung entsprechender Sicherheitsvorkehrungen, insbesondere einer wirksamen Absaugeinrichtung, durchzuführen.

### 8.3 Beispiele Temperaturregime

Beispiel für separate Durchführung einer DSC-Untersuchung:

- 1. Aufheizung 30 °C bis 390 °C (10 K/min)
- Isothermes Segment 390 °C (5 min)
- Abkühlen 390 °C bis 150 °C (10 K/min)
- Isothermes Segment (5 min)
- 2. Aufheizung 150 °C bis 390 °C (10 K/min)

Beispiel für separate Durchführung einer TGA-Untersuchung:

- Aufheizung von 30 °C bis 650 °C (10 K/min) unter Stickstoffatmosphäre
- Optional Isothermes Segment 650 °C (5 min)
- Umschalten auf Sauerstoff O<sub>2</sub>, Aufheizen 650 °C bis 850 °C (10 K/min)

Die Prüfung kann auch an einem Kombinationsgerät durchgeführt werden.

Beispiel für ein kombiniertes DSC/TGA- Programm:

- 1. Aufheizung 30 °C bis 390 °C (10 K/min)
- Isothermes Segment 390 °C (5 min)
- Abkühlen 390 °C bis 150 °C (10 K/min)
- Isothermes Segment (5 min)
- 2. Aufheizung 150 °C bis 650 °C (10 K/min)
- Umschalten auf Sauerstoff O<sub>2</sub>, Aufheizen 650 °C bis 850 °C (10 K/min)

## 9. Deformation unter Last

Die Messung der Deformation unter Last ist nicht Bestandteil der allgemeinen Qualitätsprüfung. Sie bedarf der gesonderten Vereinbarung zwischen Lieferant und Kunde.

### 9.1 Prüfverfahren

Ein zylindrischer Probekörper (Außendurchmesser 10 mm, Höhe 10 mm), der frei von Restspannung ist, wird in die Prüfkammer der in Abb. 2 dargestellten Prüfvorrichtung gebracht. Materialdicken über 10 mm sind entsprechend abzuarbeiten. Der bei Normalklima konditionierte Probekörper (ASTM D621/64) wird zwischen den beiden Druckstempeln platziert. Bei Probekörpern ist auf plane Seitenflächen zu achten. Bei Normklima beträgt der Prüfdruck  $15 \pm 0,5$  N/mm<sup>2</sup>.

Es erfolgt je eine Prüfung bei  $(23 \pm 2)$  °C sowie bei  $(100 \pm 2)$  °C; abweichende Temperaturen sind in jedem Fall zu protokollieren.

Die Messungen erfolgen im belasteten Zustand nach 100 h Belastung und anschließenden 24 h Entlastung (Relaxation).

### 9.2 Auswertung

Die Verformung unter Last wird für beide Prüftemperaturen wie folgt berechnet:

$$\frac{A - B}{A} \times 100 [\%]$$

Dabei gilt (Messgenauigkeit 0,01 mm)

A = Ursprüngliche Höhe des Probekörpers

B = Probekörperhöhe nach dem Prüfzyklus

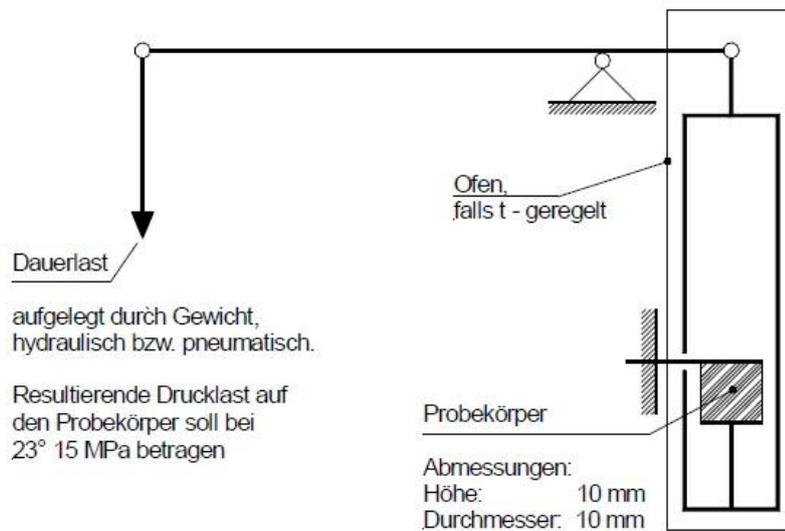


Abb. 2: Prüfvorrichtung zur Messung der Deformation unter Last (Prinzipische Skizze).

**Mitglieder der pro-K Fluoropolymergroup:**



Fluoropolymergroup

*Qualitätsanforderungen und Prüfrichtlinien für PTFE-Produkte*

Stand: Februar 2020

