

## pro-K Fluoropolymergroup

Produktinformation

*Polychlortrifluorethylen (PCTFE)*



## Vorwort

Polychlortrifluorethylen (PCTFE) ist ein vollhalogeniertes Polymer, das sowohl Fluor als auch Chlor als Halogen enthält. PCTFE gehört zu den Thermoplasten. Es wurde bereits 1934 entwickelt und zählt damit zu den am längsten bekannten Fluorkunststoffen. PCTFE ist wie andere Fluorkunststoffe sehr beständig gegenüber vielen Chemikalien. Darüber hinaus besitzt PCTFE die höchste Härte, Festigkeit und Steifigkeit unter den vollhalogenierten Fluorkunststoffen. PCTFE ist formstabil, sehr gut mechanisch bearbeitbar und kann in einem weiten Temperaturbereich (etwa  $-255^{\circ}\text{C}$  bis  $+205^{\circ}\text{C}$ ) eingesetzt werden.

Das vorliegende Technische Merkblatt wird von der pro-K Fluoropolymergroup herausgegeben und wurde von Frau Lina Kärgel und Herrn Jinwen Qin, Fa. HEUTE + COMP fachlich ausgearbeitet.

Das Merkblatt gibt den Wissensstand von Juni 2022 wieder und ersetzt das gleichlautende Merkblatt von März 2013.

### 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: August 2022

### 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.



## Inhaltsverzeichnis

1. Kurzinformation
2. Eigenschaften
  - 2.1 Chemische Eigenschaften
    - 2.1.1 Molekulare Eigenschaften
    - 2.1.2 Molekulargewicht
    - 2.1.3 Kristalline und amorphe Phase
    - 2.1.4 Chemische Beständigkeit
  - 2.2 Mechanische und physikalische Eigenschaften
    - 2.2.1 Zugfestigkeit
    - 2.2.2 E-Modul
    - 2.2.3 Härte
    - 2.2.4 Kriechkurve
  - 2.3 Beständigkeit gegen Strahlung
  - 2.4 Elektrische Eigenschaften
  - 2.5 Thermische Eigenschaften
    - 2.5.1 Temperaturanwendungsbereich
    - 2.5.2 Verarbeitungstemperatur
    - 2.5.3 Zersetzungstemperatur
    - 2.5.4 Temperatur der schnellsten Kristallisation
    - 2.5.5 Schmelztemperatur
    - 2.5.6 Glasübergangstemperatur
  - 2.6 Physiologische Eigenschaften
3. Bearbeitung
  - Anhang A: ZST-Wert
  - Anhang B: Beständigkeit gegen Reagentien
  - Literaturverzeichnis
  - Mitglieder der pro-K Fluoropolymergroup

## 1. Kurzinformation

PCTFE steht für Polychlortrifluorethylen, welches aus dem Monomer Chlortrifluorethen (1-Chlor-1, 2, 2-Trifluorethen) polymerisiert ist. PCTFE wurde erstmals im Jahre 1934 von den beiden Frankfurter Chemikern O. Scherer und F. Schloffer im Labor hergestellt (Kunststoffe(2004), S.612). Es ist ein teilkristallines Homopolymer mit hohem Amorphanteil und lässt sich thermoplastisch verarbeiten. Die Polymerketten sind linear.

Allgemeine Materialbeschreibung:

- hochfest
- transparent bis opak
- witterungsbeständig
- thermoplastisch verarbeitbar
- schweißbar, klebbar, leicht zerspanbar
- gute chemische Beständigkeit
- Alterungsbeständigkeit
- hohe Barrierewirkung

Handelsnamen:

- Neoflon®:
- Voltalef®:

Anwendung:

PCTFE wird z. B. aufgrund seiner spezifischen Eigenschaften ähnlich wie PTFE besonders im technischen Anlagenbau eingesetzt.

## 2. Eigenschaften

### 2.1 Chemische Eigenschaften

#### 2.1.1 Molekulare Eigenschaften

Die Materialeigenschaften von PCTFE ergeben sich aus seinem chemischen Aufbau. Das Chloratom hat in der Polymer-Wiederholungseinheit ein größeres Volumen als die drei Fluoratome und stört deshalb wirkungsvoll die Kristallisationsneigung. Im Vergleich zu PTFE ist die Wiederholungseinheit sterisch weniger symmetrisch. Diese sterische Besonderheit führt dazu, dass der Kettenabstand vergrößert und das Kristallisationsvermögen eingeschränkt wird. Aufgrund seiner im Vergleich zu PTFE kurzen Molekülketten ist PCTFE nach allen üblichen thermoplastischen Verfahren verarbeitbar.

### 2.1.2 Molekulargewicht

Im Polymer besteht keine einheitliche Molekülstruktur. Es sind sowohl langkettige als auch kurzkettige Moleküle anzutreffen. Das molekulare Gewicht hat nur eine statistische Bedeutung, d.h. es besteht eine glockenförmige Verteilung von unterschiedlichen Molekulargewichten.

(siehe Abb. 1)

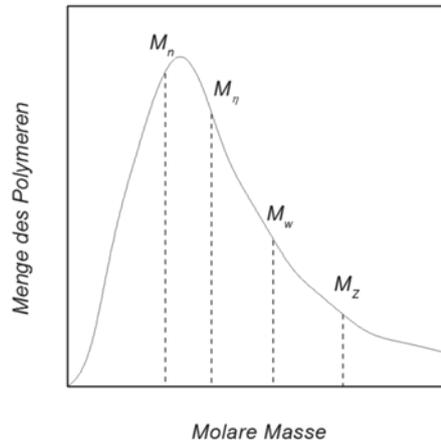


Abb.1 Verteilung des Molekulargewichts (Polymerkettenanteil/Molekulargewicht)

$M_n$  = Zahlenmittel der Molekulargewichtsverteilung

$M_v$  = Viskositätsmittel des Molekulargewichts

$M_w$  = Gewichtsmittel der Molekulargewichtsverteilung

$M_z$  = Mittleres Molekulargewicht durch Ultrazentrifuge

Die herkömmlichen Methoden zur Bestimmung des Molekulargewichts sind wegen der hohen Viskosität der Schmelze und deren Unlöslichkeit nicht praktikabel. Im Labor wurde PCTFE bei 150°C in einem halogenierten Lösemittel gelöst. Durch Messen der Viskosität wurde ein Molekulargewicht von 50.000 – 100.000 g/mol ermittelt. Dieses Verfahren ist sehr kompliziert. In der Industrie ist eine schnell durchführbare und möglichst einfache Methode wünschenswert. Daher wird der ZST-Wert (ASTM D 1430-03) als Kenngröße verwendet. (siehe Anhang A).

### 2.1.3. Kristalline und amorphe Phase

PCTFE ist ein teilkristallines Polymer, dessen Kristallit-Typ und Kristallinitätsgrad vom Molekulargewicht sowie der thermischen Behandlung abhängig sind.

Die Kristallitstruktur von PCTFE wurde durch Röntgenbeugung untersucht. Es wurde eine pseudo-hexagonale Struktur mit einem Lattice-Parameter von  $a = 0,644$  und  $c = 4,15$  gemessen. Ungefähr 16,8 Monomereinheiten bilden eine Helixeinheit.

Der Kristallinitätsgrad ist definiert als Volumenanteil des kristallinen Bereiches. Das spezifische Gewicht des PCTFEs hängt vom Kristallinitätsgrad ab. Hoffmann und Weekshaben die Dichte von komplett amorphem, sowie komplett kristallinem PCTFE im Labor auf 2,077 g/cm<sup>3</sup>, bzw. 2,187 g/cm<sup>3</sup> bestimmt. Anhand folgender Gleichung lässt sich der Kristallinitätsgrad aus der Dichte umrechnen:

$$x = \frac{(p^{30} - 2,077)}{(2,187 - 2,077)}$$

x = Kristallinitätsgrad

$p_{30}$  = Dichte bei 30°C

Amorphes PCTFE wird durch schnelle Abkühlung, z. B. durch Abschrecken, hergestellt. Hochkristallines Material hingegen entsteht bei langsamer Abkühlung aus der Schmelze. Bauteile mit hohem Amorphanteil sind transparent und weisen ein geringeres spezifisches Gewicht auf als die opaken, hochkristallinen Bauteile. In der Praxis ist PCTFE nach der Verarbeitung weder 100 % amorph, noch 100 % kristallin (Fluoroplastics (2003), S.16). Bei einem kristallinen Anteil von 20-75 % beträgt die Dichte 2,10-2,16 g/cm<sup>3</sup>.

Je höher der kristalline Anteil, desto spröder verhält sich das PCTFE (Kurve 3 in Abb.2). Amorphe Anteile hingegen begünstigen ein zähes Verhalten des Werkstoffes (Kurve 1 in Abb. 2).

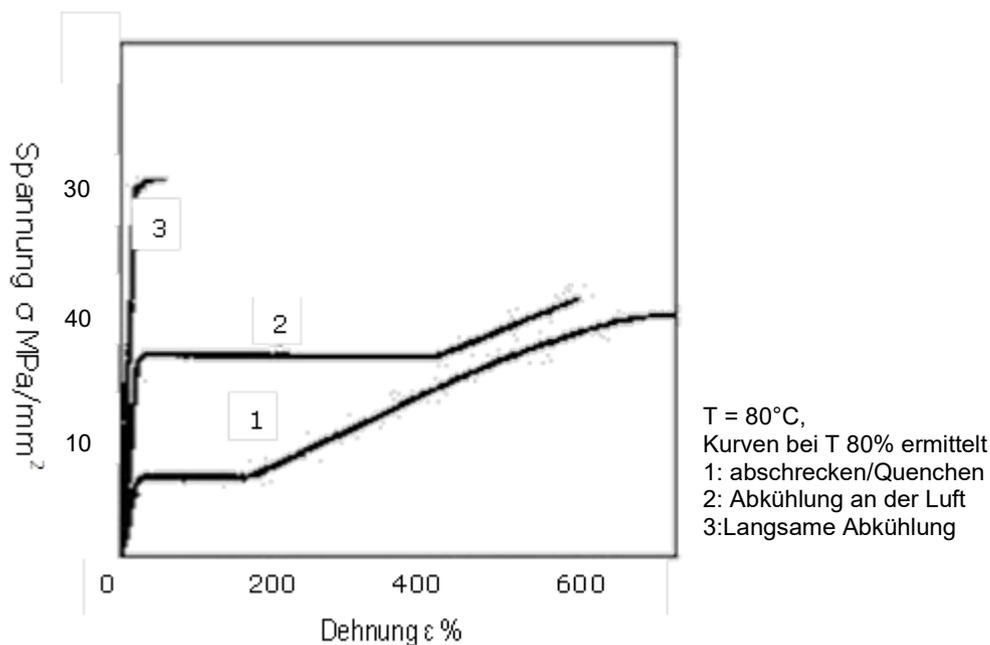


Abb. 2 Spannungs-Dehnungs-Kurven in Abhängigkeit der Abkühlgeschwindigkeit

#### 2.1.4. Chemische Beständigkeit

Aufgrund der Molekülstruktur ist die Beständigkeit gegen Chemikalien und Lösemittel bei PCTFE ähnlich der von PTFE. Allerdings quillt PCTFE bei Kontakt mit chlorierten Kohlenwasserstoffen und Aromaten auf.

Eine ausführliche Übersicht über die Chemikalienbeständigkeit findet sich in Anhang B.

## 2.1. Mechanische und physikalische Eigenschaften

Tabelle 1 zeigt die allgemeinen mechanischen Eigenschaften von PCTFE<sup>1</sup>:

Mechanische Eigenschaften	Wert	Einheit	Testmethode
Streckspannung bei 23°C	34-50	MPa	ASTM D 638-80
Zugfestigkeit bei 23°C	32-50	MPa	ASTM D 638-80
Streckspannung bei 120°C	3-6	MPa	ASTM D 638-80
Zugfestigkeit bei 120°C	13-16	MPa	ASTM D 638-80
Bruchdehnung bei 23°C	100-250	%	ASTM D 638-80
E-Modul Biegung bei 23°C	1400	MPa	ASTM D 790-80
E-Modul Zug bei 23°C	1400	MPa	ASTM D 638-80
E-Modul Druck bei 23°C		MPa	ASTM D 638-80
Druckbeständigkeit bei 23°C			
Stauchspannung bei 23°C			ISO 604
0,2 % off-set	40-45	MPa	
1 % Deformation	11-14	MPa	
E-Modul Biegung bei:			ASTM D 747-70
-183°C	5600	MPa	
-100°C	3500	MPa	
0°C	1800	MPa	
+100°C	160	MPa	
+200°C	32	MPa	
Kerbschlagzähigkeit IZOD bei 23°C	80	J/m	ASTM D 256-81
Shore-Härte	78-80	Shore D	ASTM D 676
Kriechen unter Belastung 7 MPa, 24 h			ASTM D 621
+25°C	1	%	
+70°C	2,2	%	
+125°C	12	%	

<sup>1</sup> DAIKIN INDUSTRIES LTD (2005), S. 5

### 2.1.1. Zugfestigkeit

Die Zugfestigkeit sinkt mit zunehmender Temperatur kontinuierlich (siehe Abb. 3).

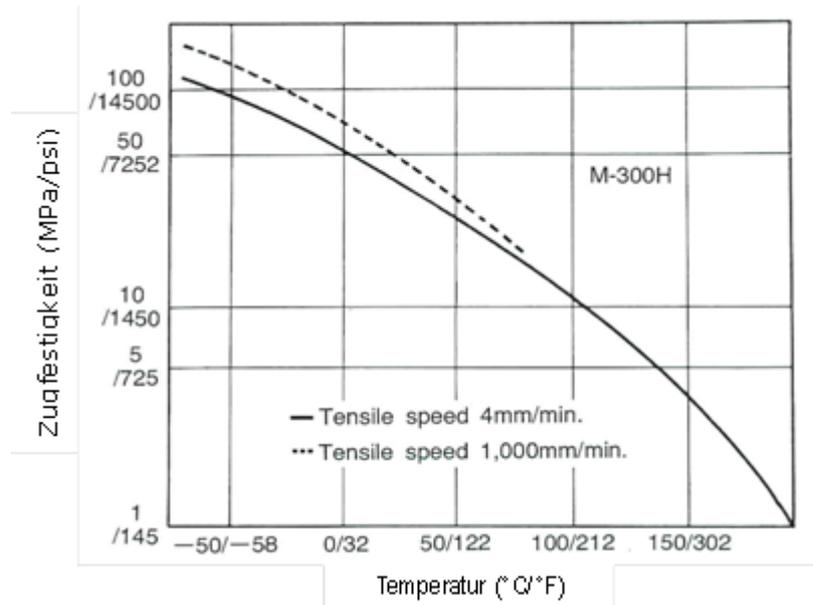


Abb.3 Zugfestigkeit-Temperatur-Kurve<sup>2</sup>

### 2.1.2. E-Modul

Auch der E-Modul nimmt mit steigender Temperatur ab. Der Wendepunkt kann als „Pseudo-Glasübergangstemperatur“ interpretiert werden.

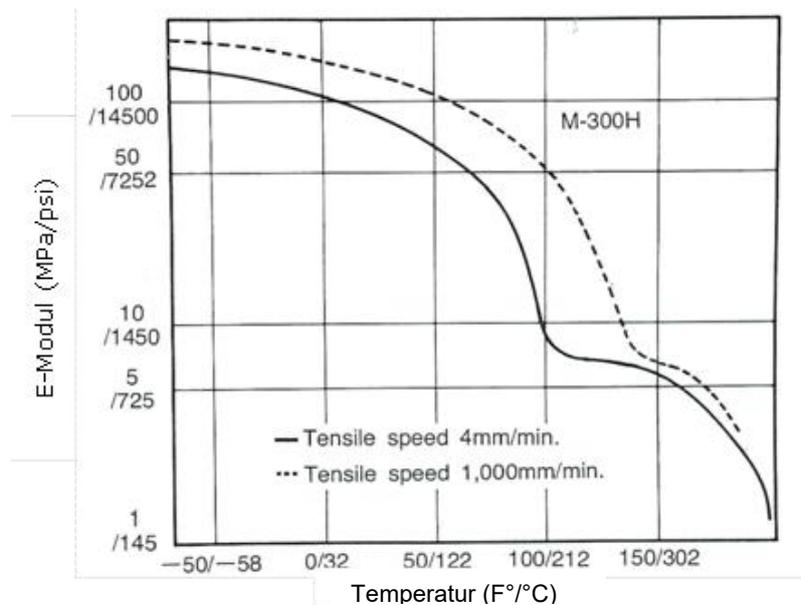


Abb.4 E-Modul-Temperatur-Kurve<sup>3</sup> Härte

<sup>2</sup> DAIKIN INDUSTRIES LTD (2003), S. 6

<sup>3</sup> DAIKIN INDUSTRIES LTD (2003), S. 6

### 2.1.3. Härte

Die Shore D-Härte nimmt mit zunehmender Temperatur ab. Oberhalb 50°C ist dies überproportional (siehe Abb. 5).

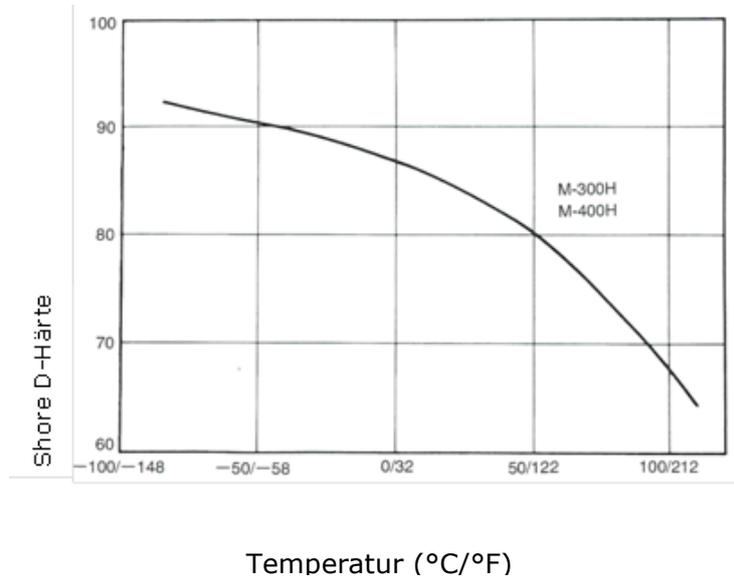


Abb.5 Shore d-Härte Temperatur-Kurve

### 2.1.4 Kriechkurve

Das Kriechverhalten ist von Spannung, Temperatur und Molekulargewicht (ZST-Wert) abhängig. Bei vorgegebener Belastung kriecht PCTFE bei steigender Temperatur immer stärker. Der Effekt nimmt mit abnehmendem Molekulargewicht zu (siehe Abb. 6.)

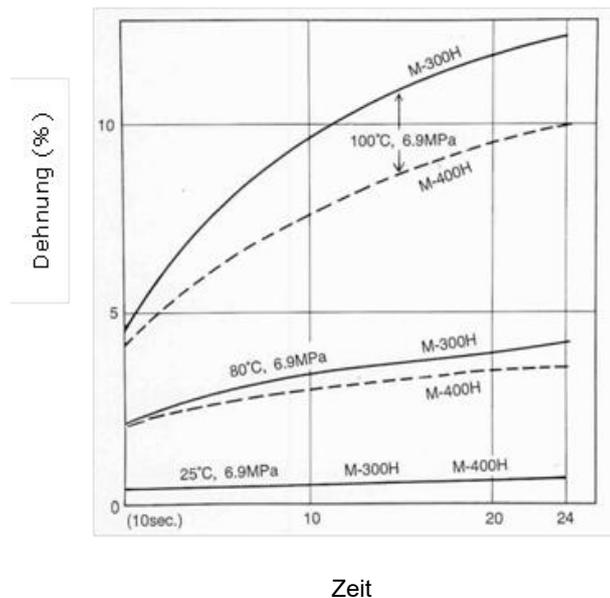


Abb.6 Dehnungs-Zeit-Kurven für 2 PCTFE-Typen mit verschiedenen ZST-Werten<sup>5</sup>

<sup>4</sup> DAIKIN INDUSTRIES LTD (2003), S.7

<sup>5</sup> DAIKIN INDUSTRIES LTD (2003), S.8

## 2.3 Beständigkeit gegen Strahlung

Der hohe Fluorgehalt des PCTFEs ist die Ursache für die ausgezeichnete Lichtbeständigkeit. Selbst UV-Strahlung verändert den Werkstoff nicht. Allerdings werden die mechanischen Eigenschaften durch ionisierende Strahlung verschlechtert.

## 2.4 Elektrische Eigenschaften

PCTFE hat ausgezeichnete elektrische Eigenschaften (siehe Tab. 2). Im Vergleich zu PTFE ist PCTFE aufgrund des Chlormoleküls allerdings polarisiert. Diese Polarisierung bedingt im Vergleich zu PTFE eine deutlich erhöhte Dielektrizitätskonstante. Da PCTFE keine Feuchtigkeit aufnimmt, werden die elektrischen Eigenschaften nicht durch Luftfeuchte, tropisches Klima oder Hitze beeinflusst.

Tab. 2 Elektrische Eigenschaften<sup>6</sup>

Elektrische Eigenschaften	Wert	Einheit	Testmethode
Spezifischer Widerstand	1,2x10 <sup>18</sup>	Ohm x cm	ASTM D 275-78
Lichtbogenfestigkeit	360	s	ASTM D 495-73
Durchschlagfestigkeit			ASTM D 149-75
Bei Gleichspannung:			
- Prüfkörper 1,6 mm	21	kV/mm	
Bei Wechselspannung:			
- Prüfkörper 3,2 mm	15	kV/mm	
- Prüfkörper 0,76 mm	48	kV/mm	
- Prüfkörper 0,13 mm	200	kV/mm	
Dielektrizitätskonstante bei 10 <sup>2</sup> Hz und 10 <sup>8</sup> Hz	2,4 3,0		ASTM D 150

## 2.5 Thermische Eigenschaften

Tab.3 Allgemeine thermische Eigenschaften<sup>7</sup>

Thermische Eigenschaften	Wert	Einheit	Testmethode
Wärmeleitfähigkeit	0,135	W/mK	F433
Spezifische Wärme	900	J/kg.K	
Linearer Ausdehnungskoeffizient			ASTM D 638
Für Temperaturen zwischen:			ASTM D 686-79
-80 und +70 °C	5,5 x 10 <sup>-5</sup>	K <sup>-1</sup>	
+70 und +150 °C	25 x 10 <sup>-5</sup>	K <sup>-1</sup>	
Wärmeformbeständigkeit			
Dauerbelastung	150	°C	
Spitztemperatur	200	°C	
Sauerstoffindex LOI	95	%	
Entflammbarkeit	V-0		

<sup>6</sup> ARKEMA (2005), S.8

<sup>7</sup> ARKEMA (2005), S.7

### 2.5.1 Einsatztemperatur und Ausdehnungsverhalten

PCTFE kann in einem Temperaturbereich von  $-255^{\circ}\text{C}$  bis  $+150^{\circ}\text{C}$  eingesetzt werden. Im niedrigen Temperaturbereich zeichnet sich PCTFE durch eine besonders geringe thermische Ausdehnung und damit eine hohe Dimensionsstabilität aus (siehe Abb. 7)

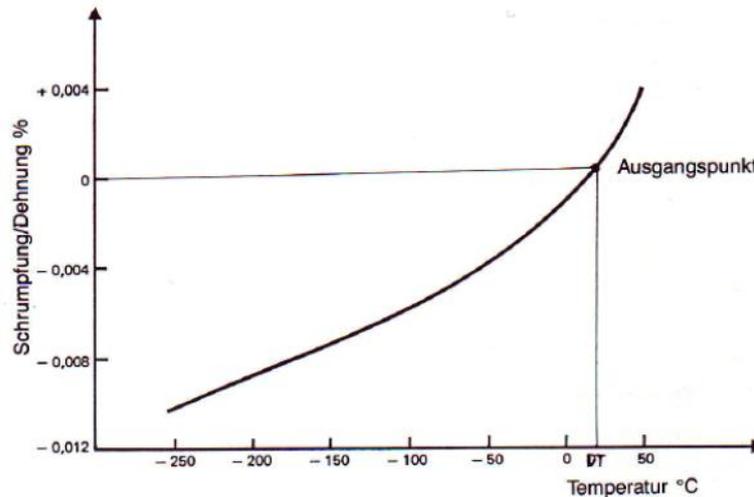


Abb.7 Dehnungs-Temperatur-Kurve<sup>8</sup>

### 2.5.2 Verarbeitungstemperatur

Die Verarbeitung von PCTFE erfolgt im Bereich zwischen der Kristallit-Schmelz- und der Zersetzungstemperatur. Bei zu niedriger Verarbeitungstemperatur ist PCTFE unter Umständen nicht vollständig geschmolzen. So kann es aufgrund der hohen Viskosität zu Fehlern in der Verarbeitung kommen. Bei zu hohen Verarbeitungstemperaturen hingegen kann das PCTFE thermisch geschädigt werden.

### 2.5.3 Zersetzungstemperatur

Ab  $120^{\circ}\text{C}$  können bereits in geringem Umfang HF und  $\text{COF}_2$  gebildet werden. Ab  $310^{\circ}\text{C}$  geschieht dies vermehrt und stark beschleunigt. Oberhalb von  $310^{\circ}\text{C}$  ist bei PCTFE ein starker Gewichtsverlust zu verzeichnen (siehe Abb. 8). Daher ist bei der Verarbeitung von PCTFE eine gute Belüftung zum Schutz vor gasförmigen Spaltprodukten notwendig. Kupferwerkstoffe und Kupferlegierungen sollten in Verbindung mit PCTFE nicht zum Einsatz kommen, da sie aufgrund katalytischer Aktivitäten die Zersetzung von PCTFE beschleunigen.

<sup>8</sup> ATOCHEM, S.4

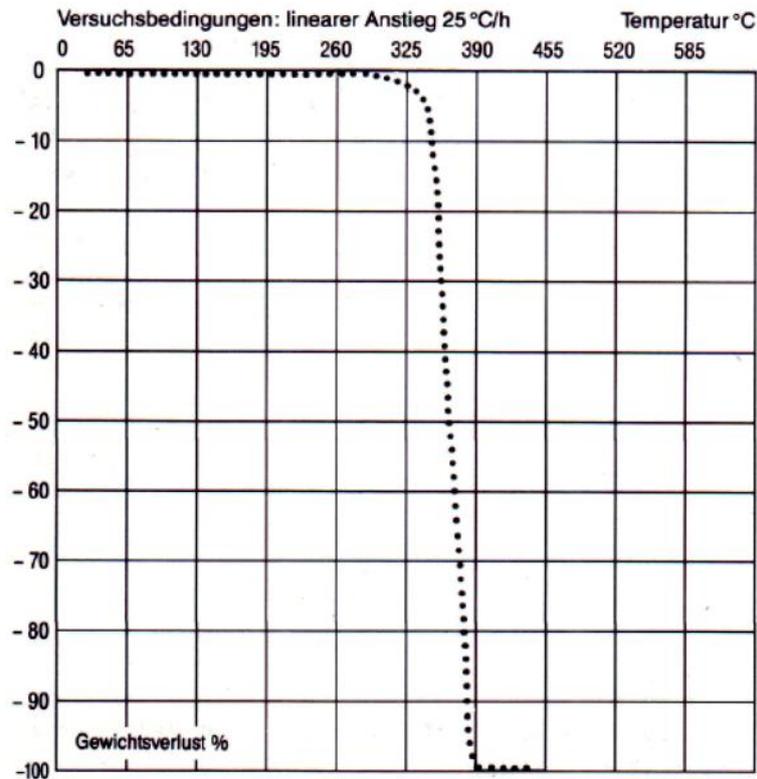


Abb.8 Gewichtsverlust-Temperatur-Kurve

#### 2.5.4 Produktcharakterisierung mittels DSC

Die DSC-Messkurve (siehe Abb.9) zeigt, dass der Temperaturbereich zwischen 160 °C und 190 °C die Kristallisation stark begünstigt. Die schnellste Kristallisationsgeschwindigkeit wird bei einer Temperatur von 175 °C erreicht. Beim Tempern sollte dieser Bereich vermieden werden.

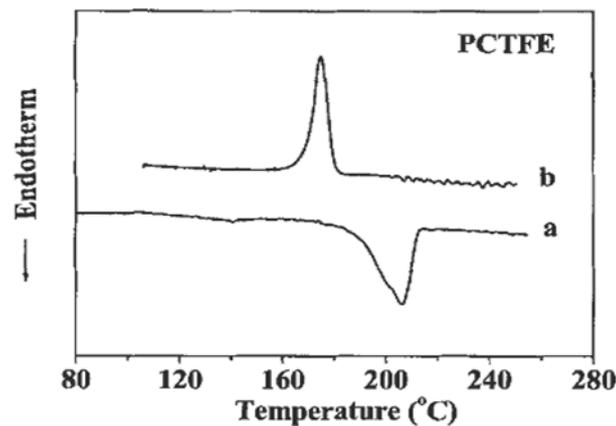


Abb.9 DSC-Kurve,  
 a: Aufheizkurve, b: Abkühlkurve

### 2.5.5 Schmelztemperatur

Bei einem teilkristallinen Polymer wird als Schmelztemperatur die Temperatur definiert, bei der der kristalline Anteil schmilzt. Die obige DSC-Messkurve zeigt die Schmelztemperatur von PCTFE von ca. 214 °C.

### 2.5.6 Glasübergangstemperatur

Oberhalb der Glasübergangstemperatur, die zwischen 71 °C und 99 °C liegt, sind die Molekülketten im amorphen Bereich frei drehbar (siehe Abb.10). Durch diese freie Drehbarkeit können die Molekülketten innere Spannungen freigeben. PCTFE muss daher oberhalb der Glasübergangstemperatur getempert werden.

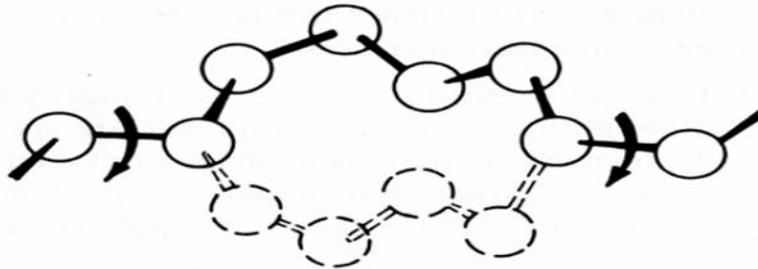


Abb.10 Freie Drehbarkeit von Molekülketten

## 2.6 Physiologische Eigenschaften

Eine Aufstellung der physiologischen Eigenschaften enthält das Sicherheitsdatenblatt. Dieses erhalten Sie über den Lieferanten.

## 3. Bearbeitung

Die Bearbeitung von PCTFE kann durch folgende Verfahren erfolgen:

- Spritzguss
- Extrusion
- Pressen

Nachgeschaltete Arbeitsschritte bei Bedarf:

- Spannungsarm Tempern
- Spangebende Bearbeitung

Anforderungen hinsichtlich der Auswahl der Werkstoffe für die Verarbeitungsmaschinen und Spritzgusswerkzeuge.

## Anhang A: ZST-Wert

### ZST Versuch nach ASTM D 1430-2003 (gilt nur für PCTFE)<sup>9</sup>:

#### 1. Einleitung

ZST steht für „Zero Strength Time“ (Null-Spannungszeit). Entsprechend der Norm ist die Zeit zu messen, die ein raumtemperierter, in eine Messvorrichtung bei 250 °C eingespannter und unter Zugbelastung von 7,5 g befindlicher Probekörper benötigt, um zu reißen (siehe Abb.1).

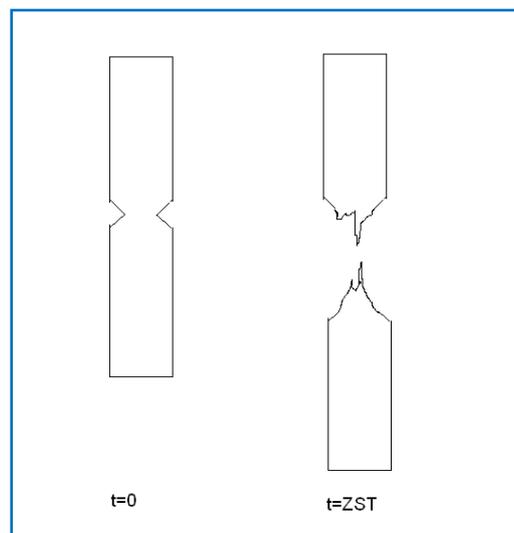


Abb.11 Schematische Darstellung des ZST-Versuches

Bei der Ermittlung des ZST-Wertes handelt es sich um eine Relativmethode zur Ermittlung des Molekulargewichtes. Aufgrund der begrenzten Temperaturstabilität von PCTFE kann es schnell zu thermischen Schädigungen kommen. Hierdurch können sich die mechanischen Eigenschaften verschlechtern.

Entsprechend des ermittelten ZST-Wertes lässt sich PCTFE wie folgt klassifizieren (siehe Tab. 1). Diese Klassifizierung gilt nicht für PCTFE Regenerate.

<sup>9</sup> in Anlehnung an ASTM International (2003)

Gruppe	Klasse	Stufe	ZST in Sekunden
1	1 Homopolymer	1	100-199
		2	200-299
		3	300-450
		0	450-
	2 modifiziertes Polymer	1	100-199
		2	200-299
		0	300-
	3 Mischpolymer	1	100-199
		2	200-299
0		300-	

Tab.4 Klassifizierung nach ZST-Wert<sup>10</sup>

## 2. Messbedingungen

Die Messung hat unter Normklima gemäß DIN EN ISO 291, Klasse 2, (23 +/- 2 °C und 50 % +/- 10 %) zu erfolgen.

## 3. Prüfkörperherstellung

Für den Prüfkörper kann virginales PCTFE in Form von Pulver oder Pellets/Granulat verwendet werden.

### 3.1 Vorpressen

Das Vorpressen erfolgt nur für PCTFE in Form von Pulver. Hierzu werden 30 ± 0,5 g Pulver in eine Pressform mit 57 mm Durchmesser eingefüllt. Das Vorpressen erfolgt dann bei Raumtemperatur unter einem Pressdruck von 68,9 MPa. Es entsteht ein Grünling mit einer Dichte von 1,4-1,5 g/cm<sup>3</sup>.

### 3.2 Formpressen

Das Formpressen von Pellets oder den vorgepressten Grünlingen erfolgt nach folgenden Schritten:

1. Legen Sie 30 ± 0,5 g Pellets/Granulat bzw. den Grünling aus 3.1 auf eine dünne Chromplatte (d=0,63 mm).
2. Decken Sie das Material mit einer Platte gleicher Abmessung ab. Platzieren Sie Abstandhalter zwischen den beiden Chromplatten, so dass ein Abstand von 1,91 ± 0,03 mm entsteht, damit das Fließen des PCTFEs beim Pressen nicht gestört wird.
3. Heizen Sie die Aufspannplatten der Presse auf eine Oberflächentemperatur von 265 ± 5 °C auf.
4. Setzen Sie die Chromplatten mit Abstandhaltern und Pellets/Granulat/Grünling zwischen die Aufspannplatten der Presse.

<sup>10</sup> in Anlehnung an ASTM International (2003)

5. Schließen und belasten Sie die Aufspannplatten kontinuierlich, bis die Platten die Abstandhalter innerhalb von 3 Minuten nach Schließen der Presse erreichen.
6. Halten Sie den Druck weitere 3 Minuten um eine Folie der geforderten Dicke zu erhalten.
7. Entlasten und entfernen Sie nach Beendigung des Pressens die Platten und die PCTFE-Platte gleichzeitig und kühlen Sie diese 5 Minuten lang in kaltem Wasser ( $15 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ ) in vertikaler Lage ab.
8. Entfernen Sie die  $1,58 \pm 0,08 \text{ mm}$  dicke und ca.  $75 \text{ cm}^2$  große PCTFE-Platte aus den Chromplatten.

### 3.3 Schneiden und Kerben

Schneiden Sie aus der Mitte der in 3.2 erhaltenen PCTFE-Platte zwei Prüfkörper mit folgenden Dimensionen aus: Länge 50 mm, Breite 4,8 mm, Dicke  $1,58 \pm 0,08 \text{ mm}$ . Versehen Sie mit Hilfe einer Kerbstanze beide Seiten der Prüfkörper ungefähr in der Mitte mit gegenüberliegenden Spitzkerben. Der Abstand zwischen beiden Kerben sollte  $1,19 \pm 0,03 \text{ mm}$  betragen. Der Winkel der Kerben sollte jeweils  $90 \pm 0,5^\circ$  betragen. Abbildung 2 zeigt die Dimensionen der Prüfkörper.

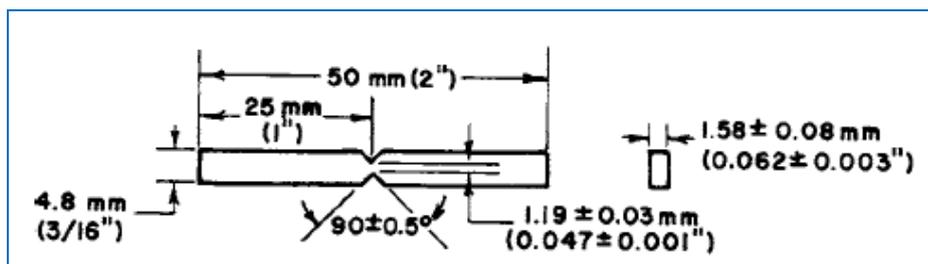


Abb.12 Gekerbte Prüfkörper<sup>11</sup>

## 4. Benötigte Vorrichtungen

### 4.1 Zylindrischer Messing-Thermostat

Der Thermostat ist 127 mm lang und hat einen Durchmesser von 102 mm. Er ist mit zwei Löchern mit einem Durchmesser von je 19 mm für die Prüflinge versehen. Diese Löcher sollten parallel zur Zylinderachse gebohrt und von innen mit einem Hochtemperaturlack beschichtet werden. Der Thermostat sollte mit zwei weiteren Löchern versehen werden. Das erste mit einem Durchmesser von 6 mm und einer Tiefe von 76 mm für ein 76 mm Tauchthermometer mit einem Temperaturbereich von  $-5$  bis  $+400^\circ\text{C}$  und das zweite mit einem Durchmesser von 16 mm und einer Tiefe von 89 mm für einen Bimetall-Thermoregulator. Abbildung 13 zeigt den Aufbau des zylindrischen Messing-Thermostats.

<sup>11</sup> in Anlehnung an ASTM International (2003)

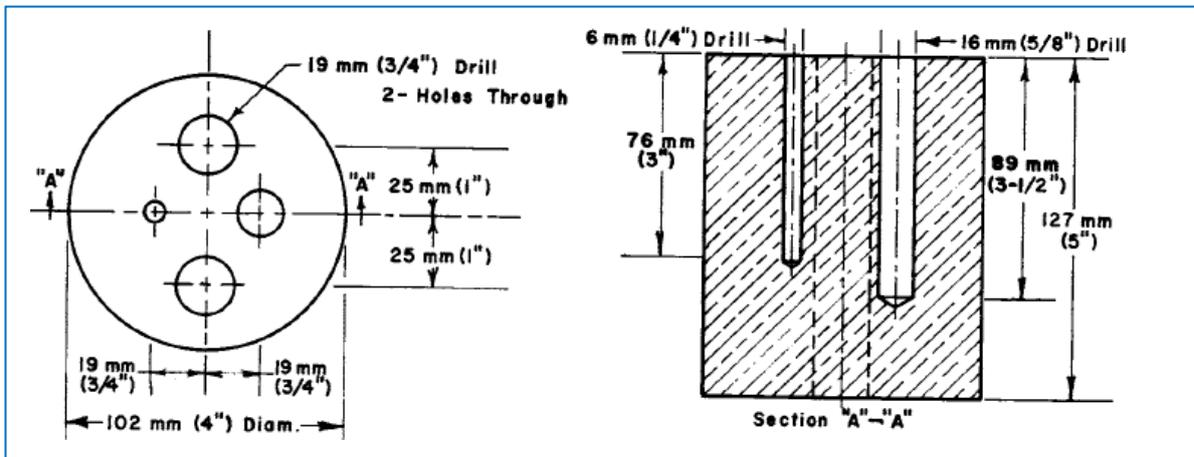


Abb.13 Zylindrisches Messing-Thermostat<sup>12</sup>

## 4.2 Zubehörteile

Es werden benötigt: eine Zeit-Messvorrichtung, ein Thermometer, Halterungen für die Prüfkörper (siehe Abb. 14), Klammergewichte (siehe Abb. 15), ein Schneidwerkzeug (handelsüblicher Bandschneider) um passende Prüfkörper auszuschneiden, sowie eine Kerbstanze zum Ausschneiden standardisierter Kerben aus dem Prüfkörper. Alternativ kann eine Stahlschablone in Form der fertigen Prüfkörper verwendet werden.

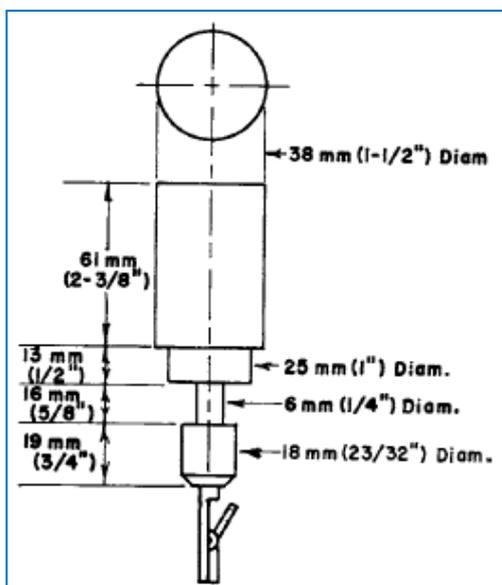


Abb.14 Halterung für Prüfkörper<sup>13</sup>



Abb.15 Klammergewicht<sup>14</sup>

<sup>12</sup> in Anlehnung an ASTM International (2003)

<sup>13</sup> 14, 15 in Anlehnung an ASTM International (2003)

Abbildung 16 zeigt die vollständige Vorrichtung:

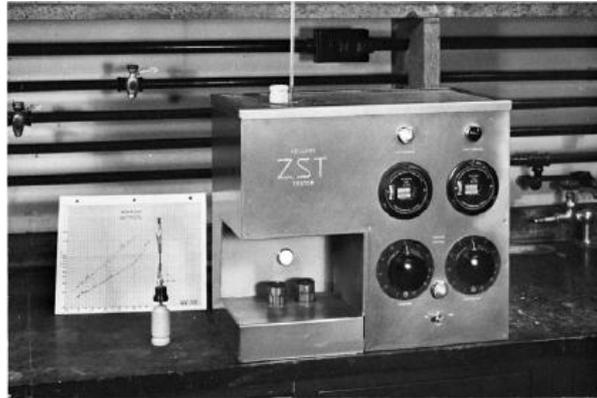


Abb.16 Vollständige Vorrichtung<sup>15</sup>

## 5. Durchführung des ZST-Versuches

- Legen Sie ein Ende jedes gekerbten Prüflings in die Halterung ein und klammern Sie ein Gewicht von  $7,5 \pm 0,1$  g an das andere Ende des Prüfstreifens. Der Halter für die Prüfkörper und das Klammerngewicht sollten hierzu ungefähr auf Raumtemperatur ( $23 \pm 10^\circ\text{C}$ ) sein.
- Legen Sie die beschwerten Prüfkörper in die  $250 \pm 1^\circ\text{C}$  heiße Prüfvorrichtung und starten Sie den Zeitmesser.
- Wenn ein Prüfling reißt und das angeklammerte Gewicht abgefallen ist, stoppen Sie den entsprechenden Zeitmesser.
- Notieren Sie die Zeitwerte in Sekunden, die auf den Zeitmessern angegeben werden. Nehmen Sie den Mittelwert aus beiden Zeitangaben als „Zero Strength Time“ für die beiden Prüfkörper. Überschreitet die Differenz zwischen den beiden Zeitmessungen 10 % des Durchschnittswertes, wiederholen Sie den Versuch mit zwei weiteren Prüflingen.

### Alternative zum ZST, der MFI/MFR

Das umständliche Messverfahren des ZST-Wertes für die Fließfähigkeit des Fluorpolymerwerkstoffes PCTFE ist praktisch nicht durch den MFI- bzw. MFR-Wert i. d. Dimension  $[\text{g}/10 \text{ min}]$  nach ISO 1133, gemessen bei  $230^\circ\text{C}$  und einer definierten Belastung (in Europa üblicherweise  $5,0 \text{ kg}$ ) zu ersetzen. Frühere Ansätze der amerikanischen ASTM, einen MFR-Wert für PCTFE (gemessen bei  $265^\circ\text{C}$  und einer Belastung von  $12,5 \text{ kg}$ ) festzuschreiben und eine Norm zu kreieren, wurden später wieder aufgegeben. (Daten, wann dies geschehen war sind nicht bekannt.) - ASTM D1430-95.

Versuche von Herstellern des Fluorpolymers PCTFE (u.a. ARKEMA) eine Korrelationskurve ZST [s] vs. MFI/MFR  $[\mu\text{l}/\text{min}]$  zu erstellen (Konditionen: Temp. =  $230^\circ\text{C}$ , Belastung =  $100 \text{ kg}$ , Düsendurchmesser =  $1,0 \text{ mm}$ ) stellten sich als ebenso kompliziert und auch als ungenau heraus und wurden daher ebenfalls verworfen.

Für sehr hoch(-schmelze)viskose Polymerwerkstoffe bei ebenfalls hoher Schmelztemperatur und außerdem engem  $T_m$ -Fenster wie PCTFE, ist die primäre Problematik folgende: Ist die Temperatur

<sup>15</sup> in Anlehnung an ASTM International (2003)

ein wenig zu tief ( $\leq 290$  °C), weist die ausgepresste Schmelze (hier eine Art Filament) Schmelzebruch auf (= zu rau i. d. Oberfläche). Wird die Temperatur hingegen zur Reduktion des Schmelzebruchs (= eines "glatten" Filaments) nur leicht erhöht, beginnt das Polymer PCTFE bereits leicht zu degradieren.

## Anhang B: Liste der chemischen Beständigkeit

Reagenzien	Quellung in Gew.% (Versuchsdauer in Tagen)						
	25°C	50°C	70°C	90°C	100°C	135°C	175°C
Wasser ASTM D 570-42	0,00 (7)						
<b>Mineralsäuren und Derivate</b>							
Chlorwasserstoffsäure 30%	0,0 (7)						0,3 (7)
Chlorwasserstoffsäure 37%							0,3 (7)
Chromsäure	0,0 (7)						0,01 (5)
Salpetersäure 25%							0,01 (5)
Salpetersäure 53%	0,0 (7)		0,01 (7)				
Salpetersäure 96%	0,0 (7)	0,01 (7)			0,3 (7)		
Rauchende Salpetersäure (99,8%)	0,0 (7)	0,3 (90)			0,3 (7)		
Flusssäure wasserfrei	0,0 (7)						
Flusssäure 50%	0,0 (7)						
Kieselfluorwasserstoffsäure	0,0 (7)	0,0 (7)					
Königswasser	0,0 (7)				0,3 (7)		
Oleum: 20% SO <sub>3</sub>	0,0 (7)	0,0 (7)					
Oleum: 65% SO <sub>3</sub>	0,0 (7)	0,0 (7)					
Perchlorsäure	0,0 (14)						
Schwefelsäure 95%	0,0 (7)		0,00 (7)				0,00 (7)
Schwefelsäure 50%						0,00 (30)	
Schwefelsäure 30%							0,00 (7)
Sulfurylchlorid	13 (30)		19,7 (7)				
Schwefelchlorhydrin	0,0 (40)						
Schwefelsäureanhydrid, wasserfrei	0,1 (7)						
Thionylchlorid				8,5 (7)			
Schwefelwasserstoffsäure (gesätt. Lsg)							0,07 (7)
Bromwasserstoffsäure						0,2 (7)	
Arsenige Säure							0,1 (7)
Phosphorsäure 100%	0,0 (7)	0,0 (90)					
Phosphorsäure 85%					0,0 (7)	0,0 (7)	0,0 (7)
Phosphorsäure 30%							0,0 (7)
<b>Amine</b>							
Diethylamin	1,9 (7)						
Trimethylamin	0,0 (11)						
Triethylamin	0,2 (7)						
Perfluortriethylamin	0,0 (7)						
Diethyltriamin	0,0 (7)						
Anilin	0,0 (7)		0,01 (7)		0,4 (7)		
Xylidin	0,0 (7)						
Diethyldiamin	0,0 (30)				0,3 (7)		
Triethanolamin	0,3 (7)						
<b>Verschiedenes</b>							
Dimethylacetamid						4,4 (8)	
Dimethylformamid						2,8 125°C	
Acetonitril	0,0 (40)				0,9 (11)		
Dimethylhydrazin	0,0 (30)						
Piperazin		0,5 (40)					
Pyridin		0,5 (40)			7,4 (1) 115°C		
Piperidin	0,0 (7)						
Benzonitril	0,0 (7)						
n-Methylpyrrolidon	0,0 (7)				2 (7)		
<b>Quellung in Gew.% (Versuchsdauer in Tagen)</b>							
<b>Reagenzien</b>	<b>25°C</b>	<b>50°C</b>	<b>70°C</b>	<b>90°C</b>	<b>100°C</b>	<b>135°C</b>	<b>175°C</b>

Industrieprodukte							
Voltalef-Öl 1 S	0,0 (7)	3,15 (7)			25 (7)		
Voltalef-Öl 3 S	0,0 (7)	0,0 (7)			10 (7)		
Voltalef-Öl 10 S	0,0 (7)	0,0 (7)			3 (7)		
Silikon DC 200 flüss.		0,1 (7)					
Skydrol 500						0,5 (7)	120°C
Lösemittel Naphta	0,0 (7)						
Benzin (60-95°C)			0,5 (1)		0,0 (7)		
Alkohole, Glykole, Phenole							
Methanol	0,0 (7)		0,0 (7)				
			65°C				
Ethanol	0,0 (7)			0,0 (7)		0,38 (7)	
				78°C			
Isopropanol	0,3 (7)				0,5 (7)		
n-Butylalkohol	0,0 (7)		0,1 (7)				
Ethylenglykol	0,0 (7)						0,1 (7)
Furfurylalkohol	0,0 (30)						
Glycerol	0,0 (7)						0,08 (7)
Isoamylalkohol						1,4 (7)	
Benzylalkohol	0,0 (7)						
Glykolmonochlorhydrin	0,0 (7)				1,8 (7)		
Cresol	0,0 (7)						
Phenol	0,0 (7)		0,0 (7)				
5% Phenol in Wasser					0,3 (7)		0,27 (7)
Organische Säuren							
Ameisensäure 100%	0,0 (7)				0,5 (7)		
Ameisensäure 37%				0,02 (7)		2,9 (7)	
Salzsäure 100%	0,0 (7)	0,0 (7)	0,23 (7)			1,9 (14)	2,5 (7)
Salzsäure 50%	0,0 (7)						0,07 (7)
Gallussäure (gesätt. Lsg.)							0,20 (7)
Benzoessäure				0,12 (7)			
Trichloressigsäure	0,0 (7)		0,03 (7)		2,8 (7)		
Salicylsäure (gesätt. Lsg.)							0,21 (7)
Pyrogallussäure							0,05 (7)
Ölsäure	0,0 (7)						
Oxalsäure (10%ige Lsg.)	0,0 (30)				0,0 (11)		
Anhydride und Säurechloride							
Essigsäureanhydrid	0,0 (7)		0,1 (7)			3,6 (1)	139°C
Acetylchlorid	0,1 (7)						
Benzoylchlorid	0,0 (7)						
Lauroylchlorid	0,0 (48h)						
Trichloracetylchlorid	0,55 (7)	5 (7)		0,1 (48h)	19,5 (7)		(80°C)
Sulfonsäuren							
Benzolsulfonsäure	0,0 (30)				0,0 (11)		
Phenolsulfonsäure					0,0 (21)		
Reagenzien	Quellung in Gew.% (Versuchsdauer in Tagen)						
	25°C	50°C	70°C	90°C	100°C	135°C	175°C
Ester							
Methylacetat	1 (7)						

Methylformiat	0,1 (7)						
Methylpropionat	1,4 (7)						
Ethylformiat	0,2 (7)						
Ethylacetat	1,5 (7)		6,5 (7)				
Ethylproponiat	1 (7)						
Ethyl-n-butyrat	0,5 (7)						
Ethyllaurat	0,0 (7)				0,7 (7)		
Ethylmyristat	0,0 (7)				0,0 (7)		
Ethyoleat	0,0 (7)				0,0 (7)		
Ethylricinoleat	0,0 (7)				0,0 (7)		
Ethylacrylat	0,5 (7)	1,6 (7)					
n-Propylformiat	0,1 (7)						
n-Proylacetat	0,6 (7)						
n-Propylpropionat	0,4 (7)						
Isopropylmyristat	0,0 (7)				0,0 (7)		
Isopropyleoleat	0,0 (7)				0,0 (7)		
Isopropylpalmitat	0,0 (7)				0,0 (7)		
Butylacetat	0,8 (7)	2,5 (7)		5,8 (7)		6,5 (7)	
Butylsebacat	0,0 (7)						
Amylacetat	0,0 (7)		0,87 (7)				
Dibutylphtalat	0,0 (7)						
Dibutylsebacat	0,0 (7)				0,0 (7)		
Glyceroleoleat	0,0 (7)				0,0 (7)		
Vitamin F-Ester	0,0 (7)						
Ethylglykolacetat	0,0 (7)						
Vinylacetat	0,5 (7)	1,5 (7)			4 (7)		
Tricresylphosphat	0,0 (7)					0,0 (7)	
<b>Halogen-Derivate</b>							
Chloroform	1,6 (7)						
Methylenchlorid		3 (7) 41°C					
Kohlenstofftetrachloric	0,4 (7)	9,7 (7)			18 (7)	600 (7)	
Forane 11	6,4 (7)						
Forane 12	3,0 (7)						
Forane 22	2,2 (7)						
Dichlorethan	0,02(86h)			2,4 (16h) 80°C			
Bromoform	0,0 (7)	0,0 (7)			2 (7)		
Tetrabromethan	0,0 (30)				0,25 (11)		
Tetrachlorethan	0,0 (30)	0,25 (11)			7,8 (11)		
Tetrachlorethylen	0,8 (7)	11,3 (11)			14,6 (7)	18 (7) 121°C	
1,1,2-Trichlorethan	0,0 (7)				13 (7)		
Trichlorethylen	9,6 (7)			9,8 (7)	18 (7)		
Forane 122	1,8 (7)	17 (7)					
Forane 113	2,2 (7)	14 (7)		22,4 (7)			
Ethylenchlorid	0,0 (7)		12 (7)				
Methylchloroform	0,5 (7)						
Pentachlorethan	0,0 (7)						
Propylenchlorid	0,0 (7)						
<b>Reagenzien</b>							
<b>Quellung in Gew.% (Versuchsdauer in Tagen)</b>							
	<b>25°C</b>	<b>50°C</b>	<b>70°C</b>	<b>90°C</b>	<b>100°C</b>	<b>135°C</b>	<b>175°C</b>
Allylchlorid	0,2 (7)						

2-Chlorpropan	0,3 (7)						
1,2-Dichlorbutan	0,0 (7)						
1,2,3-Dichlorpropan	0,0 (7)						
Benzylchlorid	0,0 (7)	0,25 (7)				3,3 (7)	
Chlorbenzol	0,7 (7)	2,8 (7)				6,8 (7)	
Chlortoluol (o und p)	0,0 (7)						
Brombenzol	0,0 (7)		1,9 (7)				
1,2-Dichlorhexafluorocyclobutan	0,1 (7)						
Dichlortoluol (2,4)	0,0 (7)						
Dichlortoluol (3,4)	0,0 (7)						
Dichlortrifluormethylbenzol	1 (7)	4,2 (7)				19,5 (7)	
0-Dichlorbenzol						7,5 (7)	
<b>Aldehyde und Ketone</b>							
Formol 30%	0,35 (7)					0,35 (7)	
Formolanhydrid	1,3 (7)						
Chlorhydrat	0,4 (7)					1,1 (7)	
Benzaldehyd	0,0 (7)						
Aceton	0,0 (7)	0,9 (7)					
		Reflux					
Methylethylketon	0,3 (7)				4,8 (7)		
					80°C		
Methylisobutylketon	0,0 (7)	0,5 (7)				4,8 (7)	
Diisobutylketon					1,2 (7)		
Cyclohexan	0,0 (7)						
Acetophenol	0,0 (7)						
<b>Esteroxide</b>							
Methyloxid	6,4 (7)						
Ethyloxid	5,7 (7)	6,5 (7)					
		35°C					
Isopropyloxid	0,5 (7)		31 (7)				
			67°C				
n-Propyloxid	0,3 (7)						
n-Butyloxid	0,0 (7)						
Furan	2,4 (7)						
Tetrahydrofuran		7 (40)					
		40°C					
Dioxan	0,0 (7)	0,5 (7)				5,7 (7)	
Dichlorethylether	0,0 (7)						
Ethylenglykolethylether	0,8 (7)						
<b>Nitro- und Schwefelderivate</b>							
Carbonsulfid	0,1 (7)						
Nitromethan	0,0 (7)						
Nitrobenzol	0,0 (7)						
l-Chlor-l-Nitropropan	0,0 (7)						
Isopropylnitrat	0,0 (30)						
Dimethylsufoxid							0,3 (8)
							125°C
<b>Reagenzien</b>	<b>Quellung in Gew. % (Versuchsdauer in Tagen)</b>						
	25°C	50°C	70°C	90°C	100°C	135°C	175°C
<b>Mineralbasen</b>							
<b>Ammoniak (NH<sub>3</sub>):</b>							

Wässr. NH <sub>3</sub> -Lösung (23%)	0,0 (7)				Zerstört		
Soda (30%)	0,0 (7)		0,27 (7)		(30)		0,64 (7)
Pottasche 10%	0,0 (7)						1,2 (7)
Pottasche 30%	0,0 (7)	0,0 (90)			0,3 (7)		
		0,01(90)					
<b>Mineralsalzanhydride:</b>							
Titantetrachlorid				2,6 (7)			
Antimonpentachlorid	0,0 (7)						
<b>Elemente</b>							
Ozon 5% in Sauerstoff						0,0 (2)	150°C
Brom	0,0 (7)						
Chloranhydrid flüss.	12,3 (6)						
Chloranhydrid gasförm.					0,2 (7)		
Quecksilber	0,0 (7)				0,0 (7)		
Schwefel						0,0 (7)	138°C
Fluor gasförm.				0,0 (14)			85°C
<b>Oxidantien</b>							
Wasserstoffperoxid 100 Vol	0,0 (7)				0,3 (7)		
Pottaschebichromat gesätt. Lsg. Bei 25°C							0,01 (7)
N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	8,2 (7)						15°C
<b>Mineralsalze in Lösung</b>							
Aluminiumchlorid (gesätt. 25°C)							0,04 (7)
Aluminiumsulfat 5%		0,7 (7)					
Ammoniumchlorid (gesätt. 25°C)							0,12 (7)
Ammoniumpersulfat (gesätt.25°C)							0,01 (7)
Ammoniumsulfat (gesätt. 25°C)							0,05 (7)
Calciumchlorid (gesätt.)	0,0 (7)						3,90 (7)
Kupferchlorid (gesätt.)	0,0 (20)				0,0 (20)		0,02 (7)
Kupfersulfat (gesätt.)							0,00 (7)
Zinnchlorid							0,05 (7)
Eisen(II)chlorid (gesätt.)							0,01 (7)
Eisen(II)sulfat (gesätt.)							0,02 (7)
Eisen(III)chlorid (gesätt.)							0,02 (7)
Quecksilberchlorid (gesätt.25°C)							5,60
Nickel- und Ammoniumsulfat							0,25 (7)
Pottaschebichromat							0,01 (7)
Natriumbisulfat (30%)	0,0 (30)				0,0 (11)		0,70 (7)
Natriumborat (gesätt. 25°C)							0,18 (7)
Natriumcarbonat (2%)	0,0 (7)						
Natriumchlorid (10%)	0,0 (7)						0,04 (7)
Natriumphosphat (gesätt.)							0,04 (7)
Zinksulfat							0,40 (7)
<b>Reagenzien</b>	<b>Quellung in Gew.% (Versuchsdauer in Tagen)</b>						
	<b>25°C</b>	<b>50°C</b>	<b>70°C</b>	<b>90°C</b>	<b>100°C</b>	<b>135°C</b>	<b>175°C</b>
<b>Kohlenwasserstoffe</b>							
n-Hexan				4,5 (7)			
n-Heptan	0,0 (7)			1,8 (7)			

Mineralöl	0,0 (7)					
Cyclohexan	0,0 (7)	0,0 (7)			4 (7)	
Benzol	0,5 (7)	3,5 (7)			6 (7)	107 (7)
Toluol	1,4 (7)	4,5 (7)	6,7 (7)		6,9 (7)	
Xylol	1,5 (7)	3,2 (7)			5,6 (7)	27 (7) 139°C
Lösemittel Naphttha	0,0 (7)					
Kerosol	0,0 (30)				0,0 (7)	
Dicyclopentadiol	0,0 (7)					
Tetrahydronaphtanol	0,0 (30)	0,23 (7)			4,3 (7)	

### Literaturverzeichnis:

ARKEMA (2005), *Technical Brochure Voltalef®*, Puteaux

ASTM International (2003), *Designation: D 1430 – 03 Standard Classification System for Polychlorotrifluoroethylene (PCTFE) Plastics*, West Conshohocken

ATOCHEM, *VOLTALEF® PCTFE*

DAIKIN INDUSTRIES LTD (2003), *Product Information: NEOFLON™ PCTFE Molding Powder*, Osaka

Domininghaus, Hans u.a. (Hrsg.), (2004), *Kunststoffe: Eigenschaften und Anwendung*, New York

Ebnesajjad, Sina (2003), *Fluoroplastics, Volume 2: Melt Processible Fluoroplastics: The Definitive User's Guide and Databook*, USA

Kunststoffe (2004, S.612), Hanser-Verlag

---

Der Inhalt dieser Druckschrift beruht auf Angaben der Rohstoffhersteller, der Fachliteratur, sowie den Resultaten eigener Laboruntersuchungen. Alle Informationen entsprechen dem Kenntnisstand der Drucklegung. Bestimmte Produkteigenschaften oder deren Eignung für konkrete Anwendungsfälle werden nicht zugesichert. Einzeldaten sind Mittelwerte, die je nach Verarbeitung und Einsatzbedingungen über- bzw. unterschritten werden können. Relativ weite Schwankungsbereiche unter den jeweiligen Rubriken erklären sich durch die Berücksichtigung verschiedener Typen des gleichen Materials.

### Mitglieder der Fluoropolymergroup:



