

Ringversuche an Kunststoffen mit Thermoanalyse

Dr. M. Schmid manfred.schmid@empa.ch

Empa, Materials Science and Technology, Lerchenfeldstrasse 5, CH-9014 St. Gallen

Die Validierung von analytischen Messungen, also die Sicherstellung der Übereinstimmung von Messergebnissen und dem tatsächlichen Sachverhalt ist ein zentrales Problem jeder analytischen Methode. Eine Möglichkeit zur Validierung von Messmethoden stellt die Durchführung von bzw. die Teilnahme an Ringversuchen dar. In vergleichenden Messungen an identischen Proben werden Daten zur Wiederhol- und Vergleichbarkeit einzelner Messmethoden gewonnen. Im vorliegenden Beitrag wird eine Reihe solcher Ringversuche aus dem Bereich Polymeranalytik/Thermoanalyse vorgestellt, welche von der EMPA organisiert und ausgewertet wurden.

Im ersten Teil der Präsentation erfolgt die Einführung in die generelle Thematik Ringversuche. Es werden einerseits die zentralen Intentionen vorgestellt, welche den Ringversuchen zugrunde liegen und andererseits die wesentlichen Kennzahlen erläutert, die aus Ringversuchen gewonnen werden können. Der Nutzen von Ringversuchen für die einzelnen Teilnehmer wird aufgezeigt und die Grenzen der Interpretierbarkeit von Ringversuchsdaten thematisiert.

Im weiteren wird eine Reihe von Ringversuchen aus dem Bereich Differential Scanning Calorimetry (DSC) und Thermogravimetrie (TG) zusammengefasst [1,2]. Wobei bei den DSC-Ringversuchen (OIT [3], Glaspunkt [4], Schmelzpunkt, Kristallinität, Härtung) die absolute Bestimmung ausgewählter Ringversuchskennzahlen im Vordergrund stand und bei den TG-Versuchen (Russgehalt, Weichmachergehalt, Aschebestimmung) ein Methodenvergleich mit anderen, normierten Methoden auf Basis der Ringversuchskennzahlen erfolgen sollte. Die „DSC Ringversuche“ zeigten dabei, dass bei „Einpunktmessungen“ immer ähnliche Ringversuchskennwerte gefunden werden, wogegen bei Auswertungen die eine benutzerdefinierte Basislinie bzw. Integration erfordern erhebliche Streuungen auftreten. Bei den „TG-Ringversuchen“ konnte gezeigt werden, dass die Bestimmung bestimmter Produkteigenschaften mittels Thermogravimetrie mit ähnlichen Messunsicherheiten behaftet sind wie die entsprechenden normierten Messungen. Die TG-Messungen können in diesen Fällen als gute, schnelle und einfache Alternativen betrachtet werden.

- [1] Schmid M, Affolter S, Wampfler B, „*Ringversuche an polymeren Werkstoffen: Thermoanalytische Verfahren*“, Kautsch Gummi Kunstst, **52** (1999), 519
- [2] Affolter S, Schmid M, „*Interlaboratory Tests on Polymers: Thermal Analysis*“, Int. J. Polym. Anal. Charact., **6** (2000), 35
- [3] Schmid M., Affolter S., *Interlaboratory Tests on Polymers by Differential Scanning Calorimetry (DSC): Oxidation Induction Time (OIT) and -Temperature (OIT*)*“, Polymer Testing **22** (2003) 419
- [4] Schmid M, Affolter S, Ritter A, „*Interlaboratory Tests on Polymers by Differential Scanning Calorimetry (DSC): Determination of Glass Transition Temperature (Tg)*“, Macromol. Mater. Eng. **286** (2001), 605