Gottfried W. Ehrenstein

ERLANGER Kunststoff-Schadensanalyse

Präparation

Unverstärkte, hochgefüllte und verstärkte Kunststoffe – Ätzen für Strukturuntersuchungen

HANSER

Ehrenstein
Präparation

Bleiben Sie auf dem Laufenden!

Hanser Newsletter informieren Sie regelmäßig über neue Bücher und Termine aus den verschiedenen Bereichen der Technik. Profitieren Sie auch von Gewinnspielen und exklusiven Leseproben. Gleich anmelden unter

www.hanser-fachbuch.de/newsletter

Die Internet-Plattform für Entscheider!

Exklusiv: Das Online-Archiv der Zeitschrift Kunststoffe!

Richtungsweisend: Fach- und Brancheninformationen stets top-aktuell!

Informativ: News, wichtige Termine, Bookshop, neue Produkte und der Stellenmarkt der Kunststoffindustrie

Kunststoffe.de

Gottfried W. Ehrenstein

Präparation

Unverstärkte, hochgefüllte und verstärkte Kunststoffe – Ätzen für Strukturuntersuchungen

Erlanger Kunststoff-Schadensanalyse

HANSER

Der Herausgeber:

Prof. em. Dr.-Ing. habil Dr. h.c. Gottfried Wilhelm Ehrenstein, Universität Erlangen-Nürnberg

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek:

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutzgesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Alle in diesem Buch enthaltenen Verfahren bzw. Daten wurden nach bestem Wissen dargestellt. Dennoch sind Fehler nicht ganz auszuschließen. Aus diesem Grund sind die in diesem Buch enthaltenen Darstellungen und Daten mit keiner Verpflichtung oder Garantie irgendeiner Art verbunden. Autoren und Verlag übernehmen infolgedessen keine Verantwortung und werden keine daraus folgende oder sonstige Haftung übernehmen, die auf irgendeine Art aus der Benutzung dieser Darstellungen oder Daten oder Teilen davon entsteht.

Dieses Werk ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte, auch die der Übersetzung, des Nachdruckes und der Vervielfältigung des Buches oder Teilen daraus, vorbehalten. Kein Teil des Werkes darf ohne schriftliche Einwilligung des Verlages in irgendeiner Form (Fotokopie, Mikrofilm oder einem anderen Verfahren), auch nicht für Zwecke der Unterrichtsgestaltung – mit Ausnahme der in den §§ 53, 54 URG genannten Sonderfälle –, reproduziert oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden.

© 2019 Carl Hanser Verlag München
www.hanser-fachbuch.de
Herstellung: Jörg Strohbach
Coverconcept: Marc Müller-Bremer, www.rebranding.de, München
Coverrealisierung: Stephan Rönigk
Logo Erlanger Kunststoff-Schadensanalyse: Tobias Mattner, M.Sc.
Satz: Kösel Media GmbH, Krugzell
Druck und Bindung: Druckerei Hubert & Co GmbH und Co KG BuchPartner, Göttingen
Printed in Germany

ISBN: 978-3-446-40382-6
E-Book-ISBN: 978-3-446-46054-6

FIAT IUSTITIA PEREAT MUNDUS

von Martin Luther und zuvor von Papst Hadrian

Meiner Frau Ute Threde-Ehrenstein in Dankbarkeit!

Der Herausgeber

(LKT Erlangen)

Prof. em. Dr.-Ing. habil Dr. h.c. Gottfried Wilhelm Ehrenstein wurde 1937 in Danzig geboren und hat nach einem humanistischen Abitur an der Technischen Hochschule Hannover Allgemeinen Maschinenbau studiert. Nach der Promotion (Prof. Matting) arbeitete er 10 Jahre in der Anwendungstechnischen Abteilung Kunststoffe der BASF AG und war gleichzeitig Lehrbeauftragter und nach der Habilitation 1976 Privatdozent der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH, Prof. Macherauch). Von 1977 bis 1989 war er Inhaber des Lehrstuhls für Werkstoffkunde/Kunststoffe der Universität-Gesamthochschule Kassel. Nach Rufen an die TU Harburg, die Montanuniversität Leoben und die TU Berlin war er ab 1989 Professor für Kunststofftechnik des von ihm neu eingerichteten Lehrstuhls der Universität Erlangen-Nürnberg.

Von 1987 bis 1992 war er nebenamtlich Leiter des Süddeutschen Kunststoffzentrums in Würzburg. 1992 wurde er Honorarprofessor des Chemischen Instituts der Universität Qingdao, China, und 1996 Ehrendoktor der Technischen Universität Budapest. Prof. Ehrenstein ist vereidigter Sachverständiger der IHK Nürnberg für Kunststoffe und Sonderwerkstoffe auf Kunststoffbasis und des Deutschen Instituts für Bautechnik (DIBt), Berlin.

Vorwort von Prof. Schmachtenberg zur „Erlanger Kunststoff-Schadensanalyse“

Hier wächst sie also: Die Erlangener Schadensanalyse, ein Kompendium aus 10 Büchern, in dem die Methoden und Erkenntnisse dokumentiert sind, die es erlauben, Schadensbilder bei Bauteilen aus Kunststoffen zu verstehen.

Wie so oft in den Technikwissenschaften gelingt ein umfassendes Verständnis erst, wenn die präzise Beschreibung von naturwissenschaftlichen Grundlagen, hier insbesondere aus der Chemie und Physik mit dem Erfahrungswissen des Technikschaffenden eine Verbindung eingeht. Denn das meiste, was die Technik erschafft, funktioniert, ohne dass es umfassend, eindeutig und exakt beschrieben ist. Dies mag verwundern, aber es ist der Kern dessen, was gerne als die Intuition des Ingenieurs beschrieben wird.

Grundsätzlich gesehen, wird immer eine neue Technologie zuerst entwickelt und dann, auf den Erfahrungen mit dieser Technologie aufbauend, werden die naturwissenschaftlichen Grundlagen, auf denen eine solche Technologie beruht, verstanden und wissenschaftlich präzise formuliert. Ein schönes Beispiel hierfür liefert James Watt mit der Erfindung der Dampfmaschine, die er erfand bevor dann die Thermodynamik ihre Hauptsätze zur Energiewandlung überhaupt erst formulieren konnte.

Die Vielfältigkeit von Schadensformen an Kunststoffbauteilen erschließt sich aus der gelebten Anwendung: Wieso entstand der Schaden? War es ein Mangel in der Konstruktion? Wurde die Gestalt des Bauteils ungünstig gewählt? Waren die Pflichtenhefte und die hier vermerkten Anforderungen an das Bauteil unzureichend? War es ein ungeeigneter Werkstoff? Oder war es ein Mangel in der Produktion, der die Bauteileigenschaften ungünstig veränderte? Und schließlich: War der Gebrauch bestimmungsgemäß?

Aus jeder dieser Fragen öffnet sich ein Fächer tiefergehender Fragestellungen, etwa zu den thermischen, mechanischen und chemischen Einwirkungen auf das Bauteil und das hieraus resultierende Alterungsverhalten. Die Schadensanalyse erlaubt es, an einem singulären Bauteil aus dem Feld das Alterungsgeschehen im realen Betrieb zu verfolgen. Dabei geht es in der ersten Linie oft gar nicht um die Aufklärung eines bereits eingetretenen Schadens sondern viel öfter um die Frage,

ob ein neues Produkt im laufenden Einsatz auch tatsächlich die geforderte Zuverlässigkeit bietet.

Es ist dem Autor, Professor Ehrenstein und den vielen Zuarbeitern hoch anzurechnen, sich der Mühsal unterworfen zu haben, die umfassenden Methoden und vielfältigen Erkenntnisse der Schadenanalyse der Kunststoffe in dieser Buchreihe zusammengefasst zu haben. Dabei ist es ein Glücksfall, dass gerade am Lehrstuhl für Kunststofftechnik der Universität Erlangen über nun schon nahezu 40 Jahre kontinuierlich an diesem Themenbereich gearbeitet wurde und nun diese Kenntnisse so umfassend zusammengetragen wurden. Ein unentbehrlicher Ratgeber, nicht nur für den Schadenssachverständigen, nein auch für alle, die sich mit der Entwicklung hochwertiger Produkte aus Kunststoffen befassen.

Prof. Dr.-Ing. E. Schmachtenberg, im Januar 2019

(RWTH Aachen)

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Ernst Schmachtenberg, (geb. 1952) studierte an der RWTH Aachen Maschinenbau und promovierte am Institut für Kunststoffverarbeitung (IKV) zum mechanischen Verhalten von Polymerwerkstoffen. Nach verschiedenen Positionen in Wissenschaft und Wirtschaft wurde er 1993 auf den Lehrstuhl für Kunststofftechnik der Universität-GH Essen berufen und zugleich als Geschäftsführer der IKM GmbH in Essen bestellt. 2001 wechselte er auf den Lehrstuhl für Kunststoff-Werkstofftechnik der RWTH Aachen University und 2006 den Lehrstuhl für Kunststofftechnik an der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg. Von 2008 bis 2018 war er Rektor der RWTH Aachen University.

Er war Präsident der TU9, Vizepräsident des VDI und von CESAER, Vorsitzender des Board of Governors, GUtech, Oman, im Beirat der Tokyo Institute of Technology und im Vorstand des IGCS, IIT Madras/Chennai und ist Vorsitzender des Hochschulrates der TU Darmstadt.

Ernst Schmachtenberg ist verheiratet und Vater von drei Kindern.

Vorwort von Prof. Ehrenstein zur „Präparation“

Die Schadensanalyse und Qualitätssicherung erfordern in der Kunststofftechnik ungleich differenziertere Analyse-Verfahren als bei den Metallen. Zum einen ergibt sich das aus dem komplizierten Aufbau der organischen Kunststoffe aus die Anisotropie fördernden Makromolekülen mit unterschiedlichen Bindungen, die chemisch, physikalisch und mechanisch sein können, und eine starke Abhängigkeit von der Temperatur und der Höhe der Last haben. Im Gegensatz zu Metallen weisen Kunststoffe zudem drei Zustandsbereiche auf, energie-elastisch, entropie-elastisch und schmelze-/fließförmig statt nur der üblichen Zustände fest und flüssig.

Bauteile aus Kunststoffen werden formgenau hergestellt und integral als Gehäuse-, Verbindungs- und Funktionselemente eingesetzt. Die mechanischen und thermischen Eigenschaften können mit Additiven, Füll- und Verstärkungsstoffen in einem weiten Rahmen variiert werden. Einige werden für spezielle Anwendungen modifiziert. Viele dieser Modifikationen sind dem Anwender nicht bekannt und auch kaum analysierbar.

Für die wichtigsten Kennwerte stehen eine Fülle von Tabellenwerten und Kunststoffdatenbanken zur Verfügung. Trotz dieser Hilfestellung ist für eine kunststoffgerechte Konstruktion eine intensive Auseinandersetzung mit den speziellen Eigenschaften und vielfältigen Erfahrungen im Umgang mit Kunststoffen notwendig.

Inwieweit die Vorgaben durch die Kunststoffeigenschaften in den einzelnen Prozessstufen den Anforderungen genügen, ist häufig schwer zu beurteilen. Es beginnt mit der Bereitstellung des Materials, der konstruktiven Auslegung, der Fertigung von Werkzeugen unterschiedlicher Konstitution und damit im singulären Entwicklungszustand mit dem Ergebnis von Formteilen in unterschiedlichem prototypischen Zustand. Zeitabhängige Strukturentwicklungen, aber auch Abbaureaktionen können einen erheblichen Einfluss haben.

Nicht übersehen werden darf, dass viele Strukturmerkmale noch nicht ausreichend bekannt sind. Selbst selbstverständliche Annahmen wie eine Fließtemperatur bei amorphen Thermoplasten ist bis heute nicht definiert, obwohl fast alle amorphen Thermoplaste über die fließfähige Phase verarbeitet werden.

Andere Beispiele zeigen, dass die zur Charakterisierung des Temperatur-Steifigkeits-Verhaltens von Kunststoffen üblicherweise herangezogenen Methoden alleine nicht in der Lage sind, dem Konstrukteur zuverlässige Unterlagen für seine Konstruktionsrechnung zu liefern. So stellt der führende Kunststofftechniker, Dr.-Ing. Karl Oberbach fest, dass für ein konditioniertes PA Formbeständigkeiten zwischen 40 und 200 °C je nach angewandter genormter Prüfmethode (Schubmodul; Vicat B; ISO 75A; HDT) gemessen werden können. Besonders kritisch sieht er den Biegeversuch.

Alle Schadensuntersuchungen beginnen mit der Präparation der Prüfkörper und so auch diese Reihe der Bücher der Erlanger Kunststoffschadensanalyse. Ihnen liegen jahrzehntelange Erfahrungen in der Großchemie, in zwei Universitätsinstituten und dem Süddeutschen Kunststoffzentrum zugrunde, die zusammenfassend im Lehrstuhl für Kunststofftechnik in Erlangen unter besonderer Mitwirkung von Frau Dipl.-Ing. (FH) Gabriela, Riedel, der Leiterin der Analytik, und ihrer langjährigen exzellenten Vertreterin Pia Trawiel erfolgten. Mein besonderer Dank gilt den Laborleiterinnen Mikroskopie des LKT in Erlangen, Frau Birgit Kaiser, Frau Dipl.-Ing. (FH) Helen Petukhov und Marion Untheim für Ihre vielfältige, fachkundige Hilfe und Herrn Dr.-Ing. Jörg Trempler, Martin Luther Universität, Halle, für die kritische Durchsicht und konstruktive Bemerkungen und Anregungen.

Gedankt sei besonders den über lange Zeit helfenden sorgfältigen Formatierern der komplexen Texte und Bilder, den Studenten Stefan Michaloudis und Benjamin Klevanski aus Erlangen, Engin Erginoglu aus Kassel und Tobias Mattner aus Bremen sowie der Kasseler Schriftstellerin Nicole Zaspel.

Die Zielgruppe dieser Buchreihe sind die Anwender und Praktiker. Hier tritt der Aspekt des wissenschaftlichen Arbeitens zurück hinter den Aspekt der sicheren Beherrschung des aber oft lückenhaften Standes der Technik. Der Stand der Technik kann sich häufig nur auf einzelne Punkte konzentrieren, wobei auch häufig bei der Schadensanalyse nur einzelne Betrachtungspunkte wichtig sind. Da diese Betrachtungspunkte aber häufig nicht zusammengefasst werden können, unter irgendeinen übergeordneten Gesichtspunkt oder einer Sichtweise wie wissenschaftliche Themen; müssen diese anschaulich und leicht auffindbar dargestellt werden.

In diesem komplexen Umfeld ist die sinnvolle Präparation der Prüfkörper für die einzelnen Kunststoffarten vielfältig und muss material- und schadensgerecht sorgfältig durchgeführt werden. Diesem Thema widmet sich der erste Band der „Erlanger Kunststoff-Schadensanalyse“ mit den Einzelthemen:

- Präparation: Unverstärkte Kunststoffe, Hochgefüllte Kunststoffe, Verstärkte Kunststoffe und Ätzen für Strukturuntersuchungen

Prof. Gottfried W. Ehrenstein, im Januar 2019

Inhalt

Der Herausgeber . . . . . **VII**

Vorwort von Prof. Schmachtenberg zur „Erlanger Kunststoff-Schadensanalyse“ . . . . . **IX**

Vorwort von Prof. Ehrenstein zur „Präparation“ . . . . . **XI**

1 Präparation unverstärkter Kunststoffe **1**

1.1 Einleitung 1

1.2 Probennahme und Probenvorbereitung 4
1.2.1 Probennahme 4
1.2.2 Probenvorbereitung 4

1.3 Einbetten und Vorbereitung der Proben 7
1.3.1 Einbetten 7
1.3.2 Vorbehandlung 12

1.4 Verschiedene Präparationsverfahren 13
1.4.1 Ganzteilpräparation 13
1.4.2 Anschliff 14
1.4.2.1 Schleifen 15
1.4.2.2 Polieren 17
1.4.2.3 Dünnschliff 19
1.4.2.4 Bruchpräparate 23
1.4.3 Mikrotomie 24
1.4.3.1 Mikrotom 24
1.4.3.2 Mikrotommesser für Dünnschnitte 28
1.4.3.3 Mikrotomschnitte 33
1.4.4 Bruch- und Oberflächenpräparate 61
1.4.5 Filmpräparate 62
1.4.6 Körnerpräparate 65

1.5 Zusammenfassung 65
1.6 Normen 67

2 Präparation hochgefüllter Kunststoffe 69

2.1 Einleitung 69
2.1.1 Besonderheiten bei Reaktionsharzen 70
2.1.2 Ultrafräse 71
2.1.3 Mikroskopie-Methoden 76
2.1.4 Probenpräparation 77
2.1.4.1 Frästechnik 81
2.1.4.2 Ätzen 82
2.1.4.3 Bruch 85
2.1.5 Übersicht Füllstoffe im Verbund 86
2.1.6 Füllstoffarten 94
2.1.6.1 Pulverförmige Füllstoffe 94
2.1.6.2 Kugelförmige Füllstoffe 96
2.1.6.3 Faserförmige Füllstoffe 98
2.1.6.4 Plättchenförmige Füllstoffe 100
2.1.6.5 Grießförmige Füllstoffe 102
2.1.6.6 Sonstige Füllstoffe 104

2.2 Normen 105

3 Präparation verstärkter Kunststoffe 107

3.1 Einleitung 107

3.2 Präparationsmethoden 109
3.2.1 Probenentnahme und Einbettung 109

3.3 Kurzglasfaserverstärkte Thermoplaste 111
3.3.1 Dünnschnitte 114
3.3.2 Sägetechnik 117
3.3.3 Dünn- und Anschlifftechnik 118
3.3.4 Verschiedene Kurzfasern 126

3.4 Langfaserverstärkte Kunststoffe 129
3.4.1 Einleitung 129
3.4.2 Glasfaserverstärkte Verbundkunststoffe (GFK) 132
3.4.2.1 Anschnitttechnik 135
3.4.2.2 Schlifftechnik 136
3.4.3 SMC-Formmassen – Rissbildung in SMC 139
3.4.3.1 Poren- und Rissbildung 142
3.4.3.2 Schädigung durch Füllstoffe 144
3.4.4 Kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe (CFK) 147
3.4.5 Aramidfaserverstärkte Kunststoffe (AFK) 153

3.5 Zusammenfassung der Präparationsschritte bei GFK, CFK und AFK ... 157
3.6 Normen ... 160

4 Ätzen für Strukturuntersuchungen
mit Dr.-Ing. Jürgen Hinrichsen ... **163**

4.1 Grundlagen ... 163
4.2 Nasschemisches Ätzen und Plasmaätzen ... 165
4.2.1 Nasschemisches Ätzen ... 165
4.2.2 Plasmaätzen ... 167
4.3 Durchführung des nasschemischen Ätzens ... 168
4.3.1 Ätzen von PE und PP ... 170
4.3.1.1 Präparation ... 170
4.3.1.2 Anleitung ... 171
4.3.2 Ätzen von POM ... 172
4.3.2.1 Ätzen mit konzentrierter Salzsäure HCI ... 173
4.3.2.2 Veranschaulichung ... 173
4.4 Anwendungsbeispiele nasschemisches Ätzen ... 174
4.4.1 Extrusionsschweißnaht ... 174
4.4.2 Vibrationsschweißnaht ... 176
4.4.3 Verstärkte Kunststoffe ... 178
4.4.4 Kunststoffdichtungsbahn-Schweißung ... 179
4.4.4.1 Situation ... 180
4.4.4.2 Morphologische Untersuchung ... 180
4.4.4.3 Ätzen der Dichtungsbahnen ... 181
4.4.5 Einschränkungen bei nasschemischem Ätzen ... 188
4.5 Durchführung des Plasmaätzens ... 189
4.6 Anwendungsbeispiele Plasmaätzen ... 190
4.6.1 Probenpräparation ... 191
4.6.2 Nachbehandlung ... 191
4.6.3 Optimale Ätzparameter ... 191
4.6.4 PE und PP ... 192
4.6.5 POM ... 195
4.6.6 PA66 ... 196
4.6.7 PA6 ... 198
4.6.8 Plasmaätzen von Polyamid (ungefüllt, gefüllt) ... 203
4.7 Anhang: Literatur zur Strukturätzung ... 206

Index ... 219

1 Präparation unverstärkter Kunststoffe

1.1 Einleitung

Neben den Präparationsverfahren klassischer metallischer Werkstoffe erfordern polymere Materialien von dem Bearbeiter neue, bisher oft unbekannte Präparationsmethoden. Zusätzlich zu An- und Dünnschliffen können z. B. noch dünne Schnitte, Filme, Fasern und Körner als Präparate untersucht werden.

Die Beurteilung des Gefüges von Kunststoffen in der Mikroskopie hat sich als Mittel zur Qualitätskontrolle und Schadensanalyse etabliert. Voraussetzung für eine richtige Interpretation eines mikroskopischen Bildes ist die artefaktfreie (= keine durch das Mikroskopieverfahren selbst hervorgerufene Erscheinung) und je nach Material und Untersuchungsziel geeignete Auswahl der Präparation. In diesem Beitrag werden die Methoden zur Präparation unverstärkter Kunststoffe und deren Vorgehen zur Erzielung eines aussagekräftigen Ergebnisses beschrieben.

Der hohe Transmissionsgrad der Kunststoffe erlaubt durch das Betrachten dünner Schnitte im Durchlicht Aussagen über die morphologische Struktur. Da einzelne Moleküle mikroskopisch nicht erkennbar sind, können nur übergeordnete makroskopische Strukturen oder Beeinflussungen von größeren Bereichen identifiziert und beurteilt werden. Aufgrund des Aufbaus der Kunststoffe sind mehrphasige Systeme, wie teilkristalline Thermoplaste, gefüllte und verstärkte Kunststoffe aller Art, einer mikroskopischen Beurteilung im Durch- und Auflicht leichter zugänglich als amorphe, ungefüllte Polymere.

Unter diesen Gesichtspunkten ermöglicht die Mikroskopie Aussagen zu:

- Struktur und Abweichungen von dem idealen Zustand durch Verarbeitungsunregelmäßigkeit und unsachgemäße Verarbeitungsparameter
- Fremdeinschlüsse und Verunreinigungen, nicht aufgeschmolzene Materialpartikel
- Thermische Schädigung während der Verarbeitung
- Verteilung von Füllstoffen und Pigmenten

- Lunker, Fehlstellen, Bindenähte
- Molekül- und Verstärkungsmaterialorientierungen
- Eigenspannungszustände durch innere und äußere Kräfte (sowie Deformationen durch den Schadensablauf)
- Schichtdicken bei Oberflächenveredelung
- Crazes, Sphärolithstrukturen

Die Problemstellungen reichen von der reinen Werkstoffbeurteilung über die Sicherung der Qualität einer Fertigung bis hin zur Beurteilung von Schadensursachen. Die Aussagesicherheit hängt von vielen Faktoren ab, häufig auch von parallel durchgeführten Versuchen nach anderen Untersuchungsverfahren.

Tabelle 1.1 zeigt die wichtigsten Präparationsmethoden für lichtmikroskopische Untersuchungen an Kunststoffen.

Tabelle 1.1 Ausgewählte Präparationsmethoden für die Kunststoffmikroskopie (nach *Trempler*)

Präparat	Herstellung	Anwendung
Totalpräparat	unzerstörtes Probenteil aussuchen, meist Makrobetrachtung	zerstörungsfreie Prüfmethode mit schneller Fehlererkennung, für Automatisierung der Prüfung
Anschliffpräparat	Anschliffe manuell oder automatisch herstellen und kontrastieren	Auflichtmikroskopie an Verbunden, harten und spröden Werkstoffen
Dick- und Dünnschliffpräparat	Anschliff aufkitten und auf gewünschte Dicke bringen, Polierabtrag beachten	Durchlichtmikroskopie an Verbunden, harten sowie spröden Stoffen, wichtig für messende Mikroskopie
Dünnschnittpräparat	Mikrotomschnitt mit Diamant-, Glas- oder Metallmessern. Schnittdicke 1 – 30 µm	Durchlichtmikroskopie an weichen, transparenten bis transluzenten Werkstoffen
Bruch- oder Oberflächenpräparat	unbeeinflusste Oberfläche oder definiert hergestellte Bruchfläche	Auflicht- und Elektronenmikroskopie an Verbunden und gefüllten Werkstoffen
Körnerpräparat	Körner in hochviskoses Immersionsmittel einbringen, Korndrehen durch Deckglasverschiebung möglich	Korngrößenverteilung, Morphologie, Rundheitsgrad, Oberfläche, Verwachsungen
Fasereinbettungspräparat	auf Objektträger kleben, teilweise einbetten für Brechzahlmessung	Faseruntersuchungen, Dickenverteilung, Faseroberfläche, Faser-Enden, Messung optischer Daten
Filmpräparat	Lösung der Probe auf Objektträger verdunsten, Schmelze auf Flüssigkeit erstarren lassen	Wachstumsuntersuchungen, optische Daten, Porosität, Größenverteilung

Bedingt durch die Vielzahl der Präparationsmethoden und der sehr unterschiedlichen Probenmaterialien kommt der klaren Definition des Untersuchungszieles und der Einschätzung der gegebenen Möglichkeiten eine wesentliche Bedeutung zu. Die gegenüber den Metallen beträchtlich größere Vielfalt der Strukturaus-

bildungsmöglichkeiten der Kunststoffe erfordert für deren Darstellung eine beträchtlich größere Vielfalt der mikroskopischen Gerätetechnik. Einschränkungen bei der Charakterisierung ergeben sich daher in gerätetechnischer Begrenzung und der stofflichen Vielfalt. Tabelle 1.2 soll helfen, für die gestellte Untersuchungsaufgabe an einer Kunststoffprobe ein optimales Mikroskopieverfahren auszuwählen.

Tabelle 1.2 Lichtmikroskopische Untersuchungsmöglichkeiten an Kunststoffen (nach *Trempler*)

Werkstoff	Untersuchungsmethode	Bewertungskriterien	Untersuchungsziel Fehlercharakterisierung
Homogene Kunststoffe			
amorphe Kunststoffe	Polarisationsdurchlichtmikroskopie	Gangunterschied, Doppelbrechung, Brechungsindex	Fließnähte, Bindefehler, Anisotropieerscheinungen, Inhomogenitäten
teilkristalline Kunststoffe	Polarisationsdurchlichtmikroskopie geätzte Anschliffe	Ausbildung von Überstrukturen	Temperatureinflüsse, Fließnähte, Bindefehler
Elastomere	Polarisationsdurchlichtmikroskopie	Gangunterschied, Doppelbrechung	Dehnungsverhalten
Heterogene Kunststoffe			
Mischungen	Polarisations- und Phasenkontrastdurchlichtmikroskopie, Anschliffe, Bruchpräparate	Art, Größe und Verteilung der Phasen, Brechzahlmessung, Thermooptische Analyse	Temperatureinflüsse, Fehler bei Art und Verteilung der Phasen, Anisotropieerscheinungen
gefüllte Kunststoffe	Auflicht Hell- und Dunkelfeld, Differentieller Interferenzkontrast, alle Methoden der Durchlichtmikroskopie	Art, Größe und Verteilung der Phasen	Fehler bei Art, Größe und Verteilung der Füllstoffe, Agglomeratbildung, Anisotropieerscheinungen

1.2 Probennahme und Probenvorbereitung

1.2.1 Probennahme

Probennahme und Probenvorbereitung entscheiden als erste Schritte der Präparation bereits ganz erheblich über Erfolg oder Misserfolg der Werkstoffcharakterisierung. Da bei der Probennahme meist die Abtrennung einer repräsentativen Teilmenge aus der Gesamtmenge des interessierenden und zur Verfügung stehenden Materials erfolgt, entscheiden mögliche Fehler in diesem Arbeitsgang ganz wesentlich über die Qualität der gewonnenen Aussagen. Fehler in diesem Arbeitsgang lassen sich später nur schwer oder gar nicht beseitigen. Unter diesem Gesichtspunkt sollten möglichst viele Einzelproben von räumlich unterschiedlichen Bereichen des vorliegenden Materials genommen werden. Von größter Wichtigkeit ist die exakte Kenntnis und Dokumentation der räumlichen Lage und damit der späteren Beobachtungsebene der entnommenen Probe zum gesamten Formteil. Zur Probennahme bei festen polymeren Werkstoffen gehören folgende Schritte:

- Festlegen des Probendurchlaufes im Labor entsprechend dem Qualitätssicherungshandbuch
- Festlegen der Beobachtungsebene (längs, quer, flach, schräg)
- Festlegen des Probenentnahmeortes (möglichst mehrere für Vergleichsuntersuchungen)
- Festlegen der erforderlichen Probenanzahl (Stichprobenplan für statistische Untersuchungen)
- Probenentnahme und unverwechselbare Kennzeichnung
- Festlegung der Bedingungen für die Probenaufbewahrung (Temperatur, Feuchtigkeit, unerwünschte oder erwünschte Chemikalieneinflüsse aus der Umgebung)

1.2.2 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung umfasst alle Methoden, welche dazu dienen, die gewonnene Urprobe optimal an die Untersuchungsanforderungen anzupassen. Unter anderem zählt dazu z. B. bei Körnerproben die Trocknung, Zerkleinerung, Dispergierung, Korngrößenfraktionierung, Phasentrennung sowie Probenmischung und Homogenisierung. Zur Probenvorbereitung gehören grundsätzlich folgende Überlegungen:

- *Ziel der Untersuchung (Phasen-, Struktur-, Gefüge-, Korn- oder Oberflächenuntersuchung).* Können die Untersuchungen kombiniert werden, Reihenfolge der Methoden, steht die Probe in der ursprünglichen Beschaffenheit nach einer gewählten Methode noch für andere Verfahren zur Verfügung?

- *Beschaffenheit der Probe und Eigenschaften der Substanz.* Wie werden diese bei späteren Präparationen oder Untersuchungen verändert? (Temperatur, Druck, Feuchte, Beständigkeit)
- *Vorgesehene Präparationsmethode und geplante Untersuchungsverfahren.* Welche Fehler können durch die Präparation eingebracht werden? Lassen sich alle vermeiden? Wie? Können die verbleibenden Fehler bei allen vorgesehenen Untersuchungsmethoden toleriert werden?

Tabelle 1.3 zeigt eine Übersicht über wichtige Methoden der Probenvorbereitung.

Tabelle 1.3 Probenvorbereitung

Proben-vorbereitung	Herstellung	Anwendung
Tränken, Verfestigen	Probe unter Vakuum mit meist eingefärbten oder fluoreszierenden kaltaushärtenden Kunststoffen tränken	lockere und poröse Materialien, offenporige Schwämme, Risse und/oder Poren
Trennen	Niedertourensäge, Diamantdrahtsäge, Säuresäge, Skalpell (Temperatur!)	Herstellen einer gut weiterverarbeitbaren Urprobe
Einbetten, Einspannen	Probe in kaltaushärtendes Harz eingießen, Aushärtetemperatur nach Möglichkeit nicht über 10 – 40 °C Einspannen in Platten des gleichen oder ähnlichen Materials wie die Probe	Einbetten für automatische Präparation, sehr empfindliche Proben, unregelmäßige Oberflächen und Pulver. Einspannen bei Platten und einfachen Profilen

Bereits bei diesen vor der eigentlichen Präparation erfolgenden Arbeitsgängen können eine Reihe von Fehlern auftreten. Tabelle 1.4 zeigt einige der wichtigsten Fehlermöglichkeiten und gibt Vorschläge zu deren Behebung. Oftmals sind die Fehler im Rahmen der Probenvorbereitung auf die chemische Unbeständigkeit der Proben gegenüber den Einbett- oder Tränkungsreagentien zurückzuführen. Weitere Fehler treten durch die schon bei geringen Temperaturerhöhungen einsetzenden Probenveränderungen auf.

Tabelle 1.4 Fehler und Vorschläge zu deren Vermeidung, bei der Probenvorbereitung

Aufgetretene Fehler/Fehlerursache	Auswirkung auf die Probe	Vorschläge zur Behebung der Fehlerursache
Fehler beim Tränken der Probe	falsche Viskosität des Tränkmittels verhindert Eindringen in Risse oder/-und Poren, Bildung von Luftblasen	Tränkungsmittel verdünnen, Tränkung unter Vakuum durchführen, anderes Tränkungsmittel verwenden
	Komponenten des Tränkungsmittels lösen die Probe an oder diffundieren in die Probe	anderes Tränkungsmittel verwenden
	lichtaushärtendes Tränkungsmittel kann nicht aushärten	
Fehler beim Trennen der Probe	Temperatur- und/oder Chemikalieneinfluss, Diffusionsschichten, Brechzahlveränderung, Anisotropieveränderungen, Veränderung der Sphärolithgröße durch zu hohe Temperatur	deutlich geringere Trenngeschwindigkeit, schonenderes Trennverfahren, anderes Kühlmittel, Abkühlpausen einplanen
Fehler durch falsches Einbettmittel	zu hohe Temperatur beim Aushärten kann Strukturveränderungen bewirken, Anisotropieveränderungen durch Einbettmittelschrumpfung, Veränderung der Sphärolithgröße durch zu hohe Polymerisationstemperatur des Einbettmittels	Wärmeabführung durch Metalleinlagerungen in oder um die Einbettung oder anderes Einbettmittel
	Komponenten des Einbettmittels diffundieren in die Probe, Ausbildung von Härteunterschieden, Brechzahl- und Anisotropieveränderungen	Schutzschichten auf die Probe aufbringen oder anderes Einbettmittel
	Einbettmittel schrumpft beim Aushärten, Spaltbildung oder Abreißen von Beschichtungen oder von oberflächennahen Bereichen, Veränderung der Geometrie von Zellstrukturen	anderes Einbettmittel

Die Untersuchung einer belastungsrelevanten oder beschädigten Stelle im Bauteil erfordert eine Probenentnahme nahe dieser. Für Vergleichszwecke sollte immer auch eine Probe an einer unbeschädigten Stelle entnommen werden. Dabei sind mögliche chemische und/oder thermische Einflüsse bei der Entnahme zu berücksichtigen. Zu deren Vermeidung ist sinnvoll, vorerst mit einer geeigneten Säge (z. B. Band-, Bügel- oder Laubsäge) eine größere Probe zu entnehmen und gegebenenfalls anschließend mit einer wassergekühlten Niedertourensäge den relevanten Bereich herauszuarbeiten (Bild 1.1).

Bild 1.1 Handsägen (links) und Niedertourensäge (rechts) zur Probenentnahme

1.3 Einbetten und Vorbereitung der Proben

Die wichtigsten Forderungen bei der Präparation sind, dass:

1. die schadens- oder funktionsrelevante Stelle untersucht wird und
2. diese beim Trennen, Einbetten, Herstellen des Schnitts und Präparieren unter dem Mikroskop nicht beeinflusst und damit verfälscht wird.

1.3.1 Einbetten

Die sorgfältige Vorbereitung der zur Verfügung stehenden Proben ist bei allen Analyseverfahren wesentlich für eine aussagefähige Analyse. Da bei der Schadensanalyse oft nur wenige Proben vorhanden sein können (oft liegt nur ein Unikat vor!) und nach der Probenpräparation die Formteile u. U. nicht mehr zuzuordnen sind, ist die genaue Dokumentation und Beschriftung der Proben erste Voraussetzung für die spätere Interpretation der Messergebnisse.

Die Festlegung der Entnahmestelle und fachgerechte Präparation der sehr kleinen Probe ist von großer Bedeutung. Aufgrund der kleinen Probenmengen ist eine sehr selektive Entnahme (z. B. Oberfläche, Kern, Querschnitt, angussnah, angussfern, nahe Schadensbild, in Ecken, an kritischen Kanten usw.) von entscheidender Bedeutung für die spätere Interpretation der Ergebnisse.

Falls Einbettmittel aus Stabilitätsgründen erforderlich sind, ist im Vorfeld die Zielsetzung einer Einbettung einschließlich der Auswahl der richtigen Einbettmittel zu treffen. Alle notwendigen Hilfsmittel sind bereitzustellen.

Chemisch reagierende Einbettmittel können mit ihrer Reaktionswärme die Morphologie der Proben deutlich beeinflussen.

Als Einbettmittel werden normalerweise chemisch reagierende Reaktionsharzsysteme eingesetzt, die zunächst flüssig die Proben einbetten, wobei normalerweise der zu bearbeitende Teil der Probe aus der Einbettmasse herausragt. Die einsetzende chemische Reaktion verfestigt die Einbettmasse, und diese wird für die Fixierung im Mikrotom dann meistens spanend bearbeitet.

Schnell reagierende und härtende Einbettmassen weisen reaktionsbedingt höhere Temperaturen auf. Wegen der schlechten Wärmeableitung und des daraus folgenden Temperaturstaus sind großvolumige Einbettungen zu vermeiden. Zudem ist die Schwindung zu beachten. Diese sollte weitgehend noch im viskosen Zustand erfolgen, um Ablösungen und Risse zu vermeiden. Üblich sind folgende Einbettmassen:

- *Epoxidharze sind Polyaddukte*, die langsam reagieren, da jeweils ein Harz- und ein Härtermolekül miteinander reagieren. Eine langsame Reaktion bedeutet auch eine geringe Temperaturerhöhung, je nach System bei 8 Stunden Reaktionszeit ca. 60 °C, bei 12 Stunden ca. 40 °C. Bei > 50 % der möglichen Reaktionen sind die Harzsysteme noch flüssig, so dass ein großer Teil der Schwindung im flüssigen Zustand ohne Beeinträchtigung abläuft, eine geringe Nachschwindung also für die Fixierung der Proben vorteilhaft ist. Außerdem haben Epoxidharze hervorragende Hafteigenschaften. Sie sind aber auch deutlich teurer als die anderen Harzsysteme.
- *Polyesterharze* sind Polymerisationssysteme: Ist die Reaktion einmal angestoßen, läuft sie schnell ab. Schon bei 10 % der möglichen Reaktionen können die Harzsysteme ihren Gelpunkt erreicht haben, d. h. sie sind nicht mehr flüssig verformbar. Die noch verbleibende Reaktion führt zu einer nicht vermeidbaren Schwindung und damit möglicherweise je nach geometrischen Bedingungen der Proben zu Spalten und Rissen, was allerdings bei Umhüllungen nicht immer kritisch ist. Polyesterharze haften passabel und sind sehr viel billiger als Epoxidharze.
- *Methacrylatharze:* Eine kurze Dauer der Aushärtung verbunden mit großer Wärmeentwicklung ergibt sich beim Methylmethacrylat. Seine Aushärtedauer beträgt 4 bis 10 Minuten. Die während der Aushärtung entstehenden hohen Temperaturen (90 °C bis 110 °C) sind nicht für jede Probe geeignet, außerdem besteht während dieser Zeit die Gefahr, dass sich die Probe stellenweise durch den Reaktionsschwund des Harzes ablöst. Dadurch ist ein fester Sitz des Präparates im Einbettharz nicht mehr gewährleistet. Weiterhin können chemische Prozesse die Probe schädigen.

Eine Reihe von Kunststoffen werden jedoch durch Methacrylate chemisch angegriffen: Daher ist vor dem Einbetten die Verträglichkeit zu überprüfen.

Eine Besonderheit sind die lichtaushärtenden Harze, die den besonderen Vorteil haben, dass der Beginn der Reaktion gezielt gesteuert werden kann. Sie haben weiterhin den großen Vorteil, dass durch gesteuerte Aushärteprogramme die Temperaturbelastung des Systems minimiert werden kann.