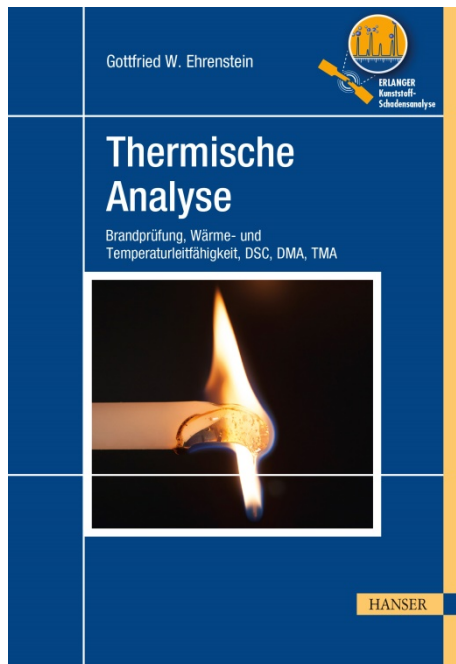


HANSER



Leseprobe

zu

„Thermische Analyse“

von Gottfried W. Ehrenstein

Print-ISBN: 978-3-446-46258-8

E-Book-ISBN: 978-3-446-46424-7

Weitere Informationen und Bestellungen unter
<http://www.hanser-fachbuch.de/978-3-446-46258-8>

sowie im Buchhandel

© Carl Hanser Verlag, München

Der Herausgeber

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.



(LKT Erlangen)

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.

Danksagung:

Dieses Buch „Thermische Analyse“ war nur möglich dank der vielfältigen Unterstützung und systematischen Analyse durch die Leiterin der Analytik des Lehrstuhls für Kunststofftechnik und ihrer Vertreterin – Frau Dipl.-Ing. (FH) Gabriela Riedel und Pia Trawiel – die nun schon fast 30 Jahre auf diesem Gebiet arbeiten, in der relativ weltweit größten anwendungstechnisch und wissenschaftlich geprägten universitären Laborgruppe der Kunststofftechnik in Erlangen.

Begleitwort zum Buch „Thermische Analyse“

Kunststoffabfälle in der Umwelt schaden dem Ansehen der gesamten Werkstoffklasse. Doch nicht der Werkstoff, sondern der Mensch ist für die Umweltverschmutzung verantwortlich. Abfälle in der Umwelt - egal welchen Werkstoffs - entstehen meist aufgrund von Faulheit und fehlender Disziplin. Umweltschutz fängt bei jedem Einzelnen von uns an!

Unsere derzeitigen Lebensgewohnheiten helfen dabei jedoch wenig: denn wir leben in einer Wegwerfgesellschaft. Wenn wir dies beibehalten möchten, sind Einwegprodukte aus anderen Werkstoffen meist schlechter für die Umwelt als die aus Kunststoff. Zahlreiche Ökobilanzen beweisen, dass Produkte aus Kunststoff, seien es die kurzlebigen oder auch die langlebigen, die Umwelt weniger schädigen als die aus anderen Werkstoffen. Grundsätzlich die beste Ökobilanz zeigen Produkte, die lange im Einsatz sind. So gilt es, nicht Kunststoffe zu verteufeln, sondern die Wegwerfgesellschaft.

Aber auch Einwegprodukte können einen wichtigen Nutzen darstellen, wenn es um Hygiene und Schutz vor Verderben von z. B. Lebensmitteln und in der Medizintechnik geht. Wer wünscht sich ausgekochte Spritzen zurück und möchte in der Notfallmedizin mit gespülten Infusionsschläuchen versorgt werden? Wer möchte wieder die Zeiten zurück, in denen Lebensmittel im Kühlschrank nur wenige Tage genießbar waren und Zahlreiches verdorben in der Mülltonne landete?

Zum Schutz von Lebensmitteln und Arzneimitteln werden eine Diffusionsbarriere und ein gewisses Maß an mechanischen Eigenschaften von Werkstoffen benötigt. Diese Kombination wird mit Kunststoffen mit einem sehr geringen Energieaufwand erbracht. Zudem sind es meist weitere physikalische Eigenschaften, welche Kunststoffe so besonders machen. Gottfried Ehrenstein widmet sich in diesem Band verschiedenen Analysemöglichkeiten, die unter dem Einsatz von Temperaturänderungen tiefere Erkenntnisse über Polymere sowie Rückschlüsse auf die zugegebenen Zusatzstoffe ermöglichen.



(Quelle: IKT)

Die Thermische Analyse ist eventuell die bedeutendste Gruppe unter den Prüf- und Analyseverfahren für Polymere und Kunststoffe. Sie ermöglicht Interpretationen zu Art und Aufbau der Polymere, aber auch Informationen zu charakteristischen Temperaturen sowie mechanischem Verhalten unter Temperatureinfluss. Konkret gibt sie – je nach Analyseverfahren – Informationen über die Glasübergangstemperatur, Schmelze- und Erstarrungstemperatur, die Kristallisation, das Vernetzungsverhalten, die thermische Stabilität, die thermische Ausdehnung sowie zu den Temperatur- und Wärmeleitfähigkeiten der zu untersuchenden Polymere und Kunststoffe. Auch kann sie durch den Verarbeitungsprozess in die Kristallstruktur eingebrachte Besonderheiten teilkristalliner Polymere aufdecken und erlaubt hierdurch Rückschlüsse, die bei der Schadensanalyse – der Königsdisziplin eines jeden Ingenieurs – von unschätzbarem Wert sind. Als besonderer Teil dieses Buches – weil eigentlich keine physikalischen Größen bestimmt werden – soll die Bestimmung des Brandverhaltens von Kunststoffen hervorgehoben werden.

In diesem Buch werden verschiedene Methoden der Thermischen Analyse von den grundlegenden physikalischen Prinzipien über ihre Besonderheiten bis hin zu Anwendungstipps vorgestellt. Mit Hilfe praktischer Beispiele werden unterschiedliche Vorgehensweisen zur Problemlösung gezeigt und zugleich für Fehlinterpretationen sensibilisiert. Kenntnisse über die Thermische Analyse sind wichtig für jeden Material- und Produktentwickler, Mitarbeiter der Qualitätssicherung und Prozessingenieur eines Unternehmens.

Stuttgart, im Januar 2020

Univ.-Prof. Dr.-Ing. C. Bonten

Prof. Christian Bonten

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Christian Bonten leitet das Institut für Kunststofftechnik (IKT) in Stuttgart, eines der führenden deutschen Forschungsinstitute auf dem Gebiet der Kunststofftechnik. Nach Studium des Maschinenbaus in Duisburg und der Kunststoffverarbeitung an der RWTH in Aachen promovierte Prof. Bonten bei Univ.-Prof. Dr.-Ing. Ernst Schmachtenberg im Fachgebiet Kunststofftechnik. Nach mehreren Jahren technischer Verantwortung und später Geschäftsverantwortung bei der BASF sowie dem Biokunststoffhersteller FKuR wurde er 2010 von der Universität Stuttgart zum Direktor und Leiter des IKT berufen. Das Institut arbeitet auf allen Gebieten der Kunststofftechnik: der Werkstofftechnik, der Verarbeitungstechnik und der Produktentwicklung.

| | | |
|-----------|--|-----------|
| 2.1.1.2 | Messverfahren | 22 |
| 2.1.1.2.1 | Temperatur- und Druckmessung – Spritzguss | 23 |
| 2.1.1.2.2 | Wärme- und Temperaturleitfähigkeits- messung | 25 |
| 2.1.1.3 | Messergebnisse | 34 |
| 2.1.1.3.1 | Kühlkörpergehäuse | 40 |
| 2.1.1.4 | Ausblick | 41 |
| 2.2 | Normen | 41 |
| 3 | Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK, DSC, MDSC) | 43 |
| 3.1 | Grundlagen | 43 |
| 3.2 | Einsatzgebiete | 44 |
| 3.3 | Messprinzip | 45 |
| 3.4 | Ablauf einer Messung | 48 |
| 3.5 | Praktische Vorgehensweise | 49 |
| 3.6 | Kalibrierung | 54 |
| 3.6.1 | Temperaturkalibrierung | 55 |
| 3.6.2 | Wärmekalibrierung (Enthalpiekalibrierung) | 55 |
| 3.6.3 | Wärmestromkalibrierung mittels bekannter Wärmekapazität .. | 56 |
| 3.7 | Auswertungen | 56 |
| 3.7.1 | Glasübergang | 57 |
| 3.7.2 | Schmelztemperatur | 59 |
| 3.7.3 | Kristallisationstemperatur | 60 |
| 3.7.4 | Bestimmung des Kristallisationsgrades | 61 |
| 3.7.4.1 | Unsichere Kristallisationsgrade | 66 |
| 3.7.4.1.1 | Kristallisationsgrad mittels ΔH_m^0 | 66 |
| 3.8 | Praktische Anwendungen | 68 |
| 3.9 | Temperaturmodulierte DSC (TDSC) | 69 |
| 3.10 | Oxidative Induktionszeit/-Temperatur (OIT) | 71 |
| 3.10.1 | Grundlagen und Messprinzip | 71 |
| 3.10.1.1 | Auswertung | 72 |
| 3.10.1.2 | Praktische Vorgehensweise | 74 |
| 3.10.1.3 | Praktische Anwendungen | 77 |
| 3.10.1.4 | Prüfbericht | 77 |
| 3.11 | Normen | 78 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 4 | Flash-DSC | 81 |
| 4.1 | Messvorgang | 82 |
| 4.2 | Praktische Vorgehensweise | 85 |
| 4.3 | Heizrateneinfluss | 86 |
| 4.4 | Kalibrieren | 91 |
| 4.4.1 | Temperatur- und Heizratenkalibrierung | 92 |
| 4.4.2 | Wärmekalibrierung | 94 |
| 4.5 | Digitaler Aufwand | 94 |
| 4.6 | Normen | 95 |
| 5 | Fehlerquellen der Thermischen Analyse – DSC | 97 |
| 5.1 | Einleitung | 97 |
| 5.2 | Wahl der Messtechnik | 97 |
| 5.3 | Probenvorbereitung | 98 |
| 5.4 | Prüfparameter | 101 |
| 5.5 | Durchführung der Messung | 103 |
| 5.6 | Auswertung von Messungen | 106 |
| 5.7 | Genauigkeit der Glasübergangstemperatur | 110 |
| 5.8 | Zusammenfassung | 111 |
| 5.9 | Normen | 112 |
| 6 | Dynamisch-mechanische Analyse DMA – Thermische Einsatzgrenzen | 113 |
| 6.1 | Grundlagen | 115 |
| 6.2 | Einsatzgebiete der DMA | 118 |
| 6.2.1 | Einsatz in der Kunststoff-Schadensanalyse | 118 |
| 6.2.2 | Praktische Einsatzgebiete | 118 |
| 6.3 | Messmethoden | 119 |
| 6.4 | Messablauf | 122 |
| 6.4.1 | Probenbelastung | 122 |
| 6.4.2 | Probenform | 123 |
| 6.4.3 | Messparameter | 123 |
| 6.4.4 | Praktische Vorgehensweise | 124 |
| 6.5 | Auswertung | 126 |
| 6.5.1 | Kalibrierung | 126 |
| 6.5.2 | Auswertung – Glasübergangstemperatur | 126 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 6.5.2.1 | Auswerteverfahren zur Bestimmung der Glasübergangstemperatur | 128 |
| 6.5.2.2 | Auswertung des stufenförmigen Modulabfalls | 128 |
| 6.5.2.3 | Auswertung von Kurvenmaxima | 130 |
| 6.6 | Thermische Einsatzgrenzen – Vergleich Prüfverfahren | 133 |
| 6.6.1 | Statische Prüfungen | 134 |
| 6.6.2 | Dynamische Prüfungen | 136 |
| 6.6.3 | Temperatur- und Spannungsabhängigkeit | 140 |
| 6.6.4 | Vergleich der Methoden zur Ermittlung thermischer Einsatzgrenzen | 141 |
| 6.7 | Beispiele | 142 |
| 6.8 | Empirische Temperatur-Zeit-Grenzen | 145 |
| 6.9 | Normen | 149 |
| 7 | Thermomechanische Analyse (TMA) | 151 |
| 7.1 | Grundlagen | 151 |
| 7.2 | Einsatzgebiete | 153 |
| 7.3 | Messprinzip | 154 |
| 7.4 | Messablauf | 156 |
| 7.5 | Auswertung | 158 |
| 7.5.1 | Längenausdehnungskoeffizient | 158 |
| 7.5.2 | Glasübergangstemperatur | 159 |
| 7.6 | Kalibrierung | 161 |
| 7.7 | Anwendungen | 161 |
| 7.8 | Beispiele | 166 |
| 7.8.1 | Rissbildung einer Blende | 166 |
| 7.8.2 | Rissbildung im Hardcoating eines Bauteils | 167 |
| 8 | Thermische Analyse – Vergleich Messmethoden | 169 |
| 8.1 | Effekte und Einsatz von DSC, TMDSC, OIT, TMA und DMA | 170 |
| 8.2 | Einsatz von Messmethoden bei verschiedenen Werkstoffen | 174 |
| 8.2.1 | Amorphe Thermoplaste | 175 |
| 8.2.2 | Teilkristalline Kunststoffe | 178 |
| 8.2.3 | Duroplaste | 182 |
| 8.2.4 | Temperatur- und Druckabhängigkeit der Dichte von Polymeren | 187 |
| 8.3 | Normen | 189 |

9 Messunsicherheit bei der Thermischen Analyse 195

Prof. Dr. Samuel Affolter, Dr. Bruno Wampfler

| | | |
|---------|---|-----|
| 9.1 | Einleitung | 195 |
| 9.2 | Begriffe der Messunsicherheit | 196 |
| 9.3 | Erläuterungen zu den präsentierten Ringversuchsdaten | 199 |
| 9.4 | Dynamische Differenzkalorimetrie DDK/DSC | 201 |
| 9.4.1 | Ringversuche zur Enthalpie | 201 |
| 9.4.1.1 | Erläuterung der Ringversuche | 201 |
| 9.4.1.2 | Ringversuchswerte | 202 |
| 9.4.2 | Ringversuche zur Temperatur | 203 |
| 9.4.2.1 | Erläuterung der Ringversuche | 203 |
| 9.4.2.2 | Ringversuchswerte | 204 |
| 9.4.3 | Ringversuche zur spezifischen Wärmekapazität Δc_p | 205 |
| 9.5 | Oxidative Induktionszeit und -temperatur | 205 |
| 9.6 | Dynamisch-Mechanische Analyse DMA | 207 |
| 9.7 | Zusammenfassung | 208 |
| 9.8 | Normen | 209 |

10 Grundlagen der Mikro-Thermischen Analyse – μTA^{TM} 213

| | | |
|----------|---|-----|
| 10.1 | Einleitung | 213 |
| 10.2 | Messprinzip | 213 |
| 10.2.1 | Messablauf und Einflussfaktoren | 216 |
| 10.2.2 | Auswertung | 217 |
| 10.2.3 | Kalibrierung | 218 |
| 10.2.4 | Übersicht praktischer Anwendungen | 219 |
| 10.3 | Praktische Vorgehensweise | 219 |
| 10.3.1 | Das Wichtigste in Kürze | 219 |
| 10.3.2 | Einflussfaktoren und Fehler bei der Messung | 220 |
| 10.3.2.1 | Probenvorbereitung | 220 |
| 10.3.2.2 | Erstellen der Oberflächenabbildung | 221 |
| 10.3.2.3 | Wahl der Messpunkte | 222 |
| 10.3.2.4 | Belastung | 223 |
| 10.3.2.5 | Temperaturprogramm | 223 |
| 10.3.2.6 | Auswertung | 225 |
| 10.3.3 | Beispiele aus der Praxis | 226 |
| 10.3.3.1 | Identifizierung von Kunststoffen | 226 |
| 10.3.3.2 | Randschicht einer PP-Probe | 227 |
| 10.3.3.3 | Rohr mit Mehrschichtaufbau | 228 |

| | |
|--|------------|
| 10.3.3.4 Anbindungsbereich einer 2-Komponenten-Probe | 229 |
| 10.3.3.5 PA 6 im Metallverbund | 231 |
| 10.3.3.6 Nachweis der Alterung an der Oberfläche | 232 |
| 10.4 Normen | 233 |
| Index | 235 |

tung und Charakterisierung wärmeleitender Kunststoffe mit thermoplastischer Matrix beschäftigt.

Die erreichten Wärmeleitfähigkeiten liegen etwa bei $1 - 20 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Als Füllstoffe kommen ebenfalls die bereits genannten Materialklassen Metalle, Graphite und Keramiken in Frage. Eine Übersicht der erreichbaren Wärmeleitfähigkeiten mit verschiedenen Füllstoff-Matrix-Zusammensetzungen stellt Bild 2.10 dar.

Die Materialeigenschaften von gefüllten Kunststoffen sind maßgeblich durch die Compoundzusammensetzung, d. h. Matrixmaterial und Füllstoffart, bestimmt. Höhere Wärmeleitfähigkeiten der Füllstoffe führen bei gleichen Füllgraden zu gleichfalls höheren Wärmeleitfähigkeiten im Compound.

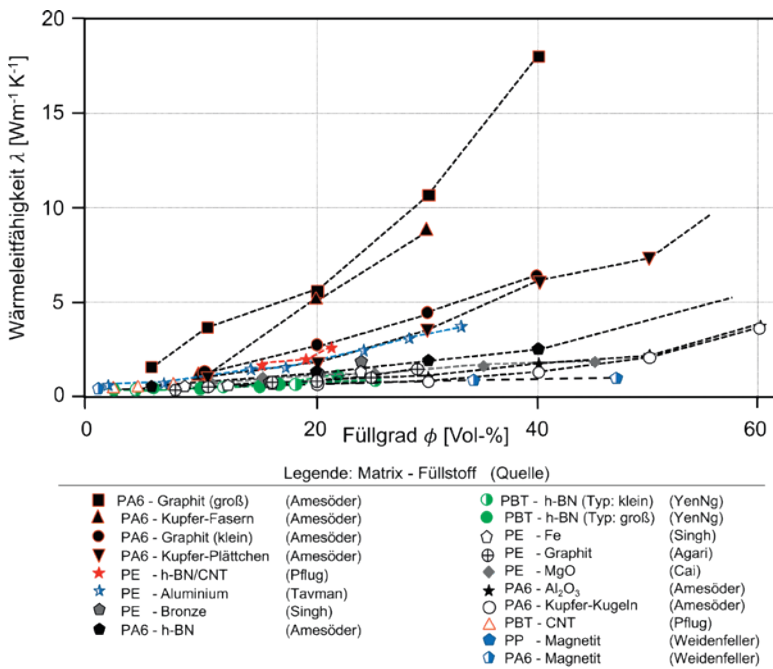


Bild 2.10 Wärmeleitfähigkeiten [W/mK] gefüllter Kunststoffe verschiedener Matrix-Füllstoff-Zusammensetzungen, Thermoplaste

Die Füllstoffleitfähigkeit hat dabei einen zentralen Einflussfaktor auf die resultierenden Eigenschaften im Compound. Mit einer Füllung von 50 Vol.-% hexagonalem Bornitrid (h-BN) in einer Epoxidmatrix können Werte bis zu ca. $7,5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ erreicht werden, Bild 2.11. Bei Aluminiumoxid mit identischer plättchenförmiger Geometrie und ebenfalls einer mittleren Größe von ca. $27 \mu\text{m}$ konnte nur eine Wärmeleitfähigkeit von ca. $3,4 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ gemessen werden. Diese Halbierung der Wärmeleitfähigkeit ist auf die deutlich geringere Wärmeleitfähigkeit des Aluminiumoxids im Vergleich zum Bornitrid zurückzuführen.

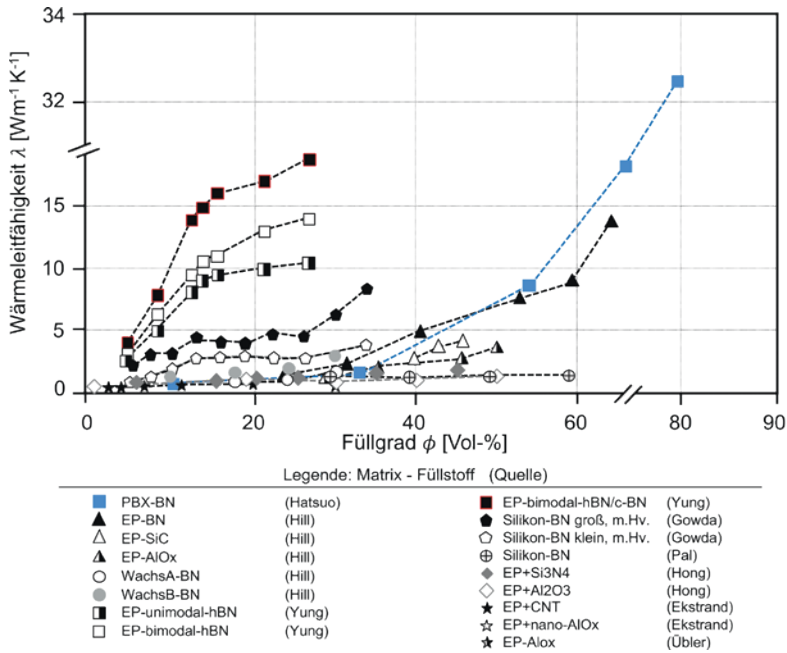


Bild 2.11 Wärmeleitfähigkeiten [W/mK] gefüllter Kunststoffe verschiedener Matrix-Füllstoff-Zusammensetzungen, Duroplaste

Als ebenfalls wichtig hat sich die Größe der Füllstoffpartikel erwiesen. Obwohl SiC mit ca. $300 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ annähernd die Leitfähigkeit von BN erreicht, konnten mit halber Partikelgröße nur deutlich geringere Werte von ca. $3,9 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ erreicht werden.

Die Verwendung von nanoskaligen Füllstoffen zur Wärmeleitfähigkeitserhöhung in Compositesystemen konnte bislang die Erwartungen jedoch nicht erfüllen und führte nicht zu den vorherberechneten Eigenschaften. Selbst die hohen Eigenleitfähigkeiten von etwa Carbon Nanotubes (CNT) von über $3000 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ können die Volumenwirkung der Matrix bei den für den teuren Füllstoff angestrebten niedrigen Füllgraden von unter 10 Vol.-% nicht eliminieren. Einen ebenfalls sehr wichtigen Einflussfaktor stellt die Füllstoffgröße dar. Je größer die Füllstoffpartikel sind, desto größer die erzielbaren Wärmeleitfähigkeiten. Eine weitere Steigerung ist zu beobachten wenn bi-modale Größenverteilungen verwendet werden. Bei Verwendung von anisometrischen Füllstoffen hat sich die reine Füllstoffgröße jedoch nicht als ausschließlicher Einflussfaktor gezeigt, sondern das Aspektverhältnis AR, das Verhältnis zwischen mittlerem Durchmesser und Partikeldicke, ist ebenfalls relevant. Ein höheres Aspektverhältnis führt zu gesteigerten Wärmeleitfähigkeitswerten. Das Aspektverhältnis wirkt sich mit steigendem Füllgrad stärker aus.

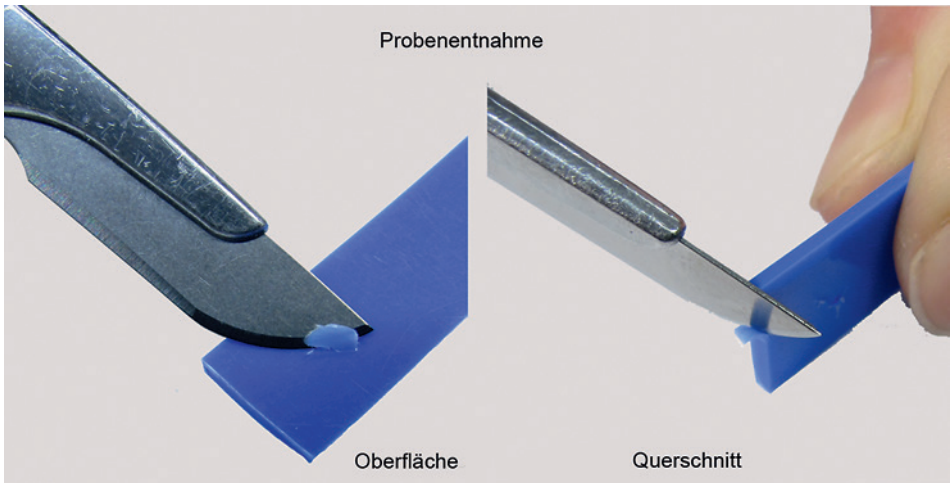


Bild 3.4 Gezielte Wahl der Entnahmestelle der Probe



Bild 3.5 Probenentnahme durch Schneiden oder Stanzen ohne Quetschen oder Erwärmen der Probe, auf scharfes Werkzeug ist zu achten, möglichst ausschließlich Berührung der Probe mit einem sauberen Skalpell



Bild 3.6 Schädigung von Kunststoffproben bei der Probenentnahme

Tabelle 3.3 Bezeichnungen für charakteristische Temperaturen beim Kristallisieren in verschiedenen Normen

| DIN EN ISO 11357-1 | DIN 53 765 ** | ASTM D 3417/3418-99 ** | |
|---|---|--|-------|
| T_{ic} Anfangstemperatur | T_{KO} Onset-Temperatur | - | [°C] |
| T_{eic} extrapolierte Anfangstemperatur | T_{KO}^E extrapolierte Onset-Temperatur | T_{eic} crystallization extrapolated onset-temperature | [°C] |
| T_{pc} Peaktemperatur | T_{KP} Peaktemperatur | T_{pc} crystallization peak tempe- rature | [°C] |
| T_{efc} extrapolierte Endtemperatur | T_{KEE} extrapolierte Endtemperatur | T_{efc} crystallization extrapolated end temperature | [°C] |
| T_{fc} Endtemperatur | T_{KE} Endtemperatur | - | [°C] |
| ΔH_c Enthalpieänderung | ΔH_K Kristallisationsenthalpie | ΔH_c heat of crystallization | [J/g] |

* Die Bezeichnungen wurden in Anlehnung an die Norm formuliert, da diese nur eine exakte Beschreibung des Kristallisationspeaks beim Aufheizen, d. h. von tiefen Temperaturen kommend, liefert.

** DIN 53 765 und ASTM D 3417/3418-99 sind zurückgezogen.

Anfangs- und Endtemperatur T_{ic} und T_{fc} können nur gemessen werden, wenn der thermische Effekt die Empfindlichkeitsgrenze der DSC überschreitet.



Der Wert für die Anfangs- und Endtemperatur T_{ic} und T_{fc} hängt auch von der Empfindlichkeit des DSC-Gerätes ab.

Die Lage der Kristallisationskurve auf der Temperaturskala und die daraus bestimmten Kennwerte werden von der Abkühlgeschwindigkeit beeinflusst. Mit zunehmender Abkühlgeschwindigkeit verschiebt sich die Kristallisationskurve in Richtung niedriger Temperaturen.

Die Kristallisation aus der Schmelze ist erst nach Unterschreiten der theoretischen Schmelztemperatur T_m (Unterkühlung) möglich. Es müssen Kristallisationskeime vorhanden sein. Diese bilden sich entweder selbst aus oder/und werden durch bewusste Zugabe bestimmter Substanzen (Keimbildner, Nukleierungsmittel) forciert.

Die Gesamtkristallisationsgeschwindigkeit, die bei der DSC-Messung registriert wird, ist von der Keimbildungs- und Wachstumsgeschwindigkeit bestimmt. Diese Prozesse laufen parallel ab und sind stark von der Unterkühlung $\Delta T (= T_m^0 - T_c)$ abhängig.

Thermomechanische Analyse (TMA)

■ 7.1 Grundlagen

Mittels Thermomechanischer Analyse wird das Ausdehnungsverhalten von Werkstoffen in Abhängigkeit von der Temperatur bestimmt. Dabei wird eine Probe in einer speziellen Halterung platziert und einem definierten Temperaturprogramm folgend aufgeheizt.

Im Gegensatz zum klassischen Verfahren, bei dem der Messaufbau möglichst kraftfrei gehalten wird, wirkt bei der Thermomechanischen Analyse eine über einen Messstempel aufgebrachte, geringe Auflast auf die Probekörperoberfläche. Aus der gemessenen Ausdehnung der Probe kann der thermische Längenausdehnungskoeffizient α berechnet werden.

Bei der TMA unter Last stellt die gemessene Ausdehnungskurve immer eine Summe der unterschiedlichen Verformungsanteile dar, wie thermische Längenausdehnung und die belastungsabhängige Verformung (Kraft, Stempelgeometrie, temperaturabhängiger Modul).



Thermischer Längenausdehnungskoeffizient als Materialkennwert nur bei reversiblen Materialverhalten

Der thermische Längenausdehnungskoeffizient kann als mittlerer $\bar{\alpha}(\Delta T)$ oder differentieller $\alpha(T)$ Wert angegeben werden, und wird nach DIN 53 752 berechnet. Der mittlere thermische Längenausdehnungskoeffizient $\bar{\alpha}(\Delta T)$ folgt aus:

$$\bar{\alpha}(\Delta T) = \frac{1}{l_0} \cdot \frac{l_2 - l_1}{T_2 - T_1} = \frac{l}{l_0} \cdot \frac{\Delta l_{th}}{\Delta T} \quad \left[\frac{\mu m}{m^\circ C} \right] \quad (7.1)$$

$\alpha(T)$ ist als Messwert jeweils von dem individuellen Temperaturmessbereich abhängig und daher als allgemeiner Kennwert oder Berechnungswert nicht geeignet, sondern jeweils für einen bestimmten Anwendungsfall vorgesehen.

Die temperaturabhängige Längenänderung ist die fortlaufende Änderung der Länge bezogen auf die Ausgangslänge/Bezugslänge l_0 . Sie stellt ein relatives Maß für die Längenausdehnung dar, das bei Versuchsbeginn bei der Bezugstemperatur T_0 immer den Wert 0 aufweist. Der differentielle (oder lokale) thermische Längenausdehnungskoeffizient $\alpha(T)$ folgt aus:

$$\bar{\alpha}(T) = \frac{1}{l_0} \cdot \frac{dl_{th}}{dT} \left[\frac{\mu m}{m^\circ C} \right] \quad (7.2)$$

Die Werte können auch mit der Dimension $[10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}]$ bzw. $[\text{K}^{-1}]$ angegeben werden, DIN 53 752 empfiehlt die Angabe von $[10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}]$ bzw. $[\text{K}^{-1}]$; im Weiteren wird jedoch die Einheit $[\mu\text{m}/\text{m}^\circ\text{C}]$ verwendet, da diese erfahrungsgemäß eine gute Vorstellung der Größen vermittelt.

Längenausdehnungskoeffizienten werden in Abhängigkeit von der Temperatur in Bild 7.1 für teilkristalline Thermoplaste und für amorphe Thermoplaste dargestellt.

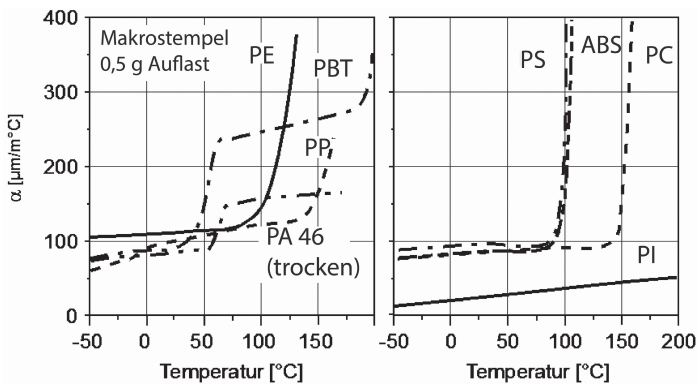


Bild 7.1 Exemplarischer Verlauf thermischer Längenausdehnungskoeffizienten von teilkristallinen (links) und amorphen (rechts) Thermoplasten (LKT)

Makrotempel, Probenquerschnitt ca. $6 \times 6 \text{ mm}$, Auflast 0,5 g, Heizrate $3 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$

Im Glasübergangsbereich ändert sich in amorphen Kunststoffen oder in den amorphen Bereichen bei teilkristallinen Thermoplasten eine Vielzahl physikalischer Eigenschaften stufenförmig um Größenordnungen – so auch der thermische Längenausdehnungskoeffizient. Somit kann anhand von TMA-Messungen auch der Glasübergang als charakteristische Kenngröße zur Werkstoffidentifizierung bestimmt werden.

Die folgenden Beispiele sollen einen Überblick über die Möglichkeiten der Verfahren der Thermischen Analyse zur Schadensaufklärung liefern. Dabei unterscheiden sich die Aussagemöglichkeiten der verschiedenen Verfahren je nach Kunststoffklasse und werden dementsprechend mehr oder weniger bevorzugt eingesetzt. Daher sind die Beispiele für die einzelnen Kunststoffklassen, mit den möglichen Aussagen hinsichtlich des Werkstoffs an sich (Identifizierung, Zusammensetzung), der Beeinflussung durch den Verarbeitungsprozess und dem nachfolgenden Gebrauch aufgeführt.

- Bewertung der Materialspezifikation (Identifizierung): DSC
- Erkennen von Verunreinigungen: DSC
- Kristallisationsgradbestimmung: DSC
- Bestimmung der thermischen Vorgeschichte (Verarbeitungsbedingungen, Einsatzbedingungen): DSC
- Ermittlung des Gehalts von Füll- und Verstärkungsstoffen, Rußgehalt: TGA
- Bewertung der Alterung: TGA
- Bewertung des Ausdehnungsverhaltens: TMA
- Erkennen von Orientierungen und Spannungen: TMA
- Bewertung des dynamisch-mechanischen Verhaltens: DMA
- Erkennen von Einsatz- und Erweichungstemperaturen: DMA

Siehe Tabelle 8.1 „Einsatz von Methoden der Thermischen Analyse in der Schadensanalyse“.

Die Kunststoffverarbeitung hat aufgrund der eingesetzten Verfahren (Spritzgießen, Extrudieren, Blasformen etc.) und deren erforderlicher Parameter (Schmelze-, Werkzeugtemperaturen, Drücke etc.) einen außerordentlichen Einfluss auf das entstehende Bauteil. Dabei ist eine direkte Zuordnung, beispielsweise von Kristallinität und Massetemperatur oder Werkzeugtemperatur, kaum möglich. Jedoch können Vergleiche ermittelt und somit Tendenzen angegeben werden.

Die Vorgeschichte eines Bauteils ist durch die Verarbeitung und den Gebrauch bestimmt. Verschiedene Methoden liefern Hinweise auf die Vorgeschichte, eine

exakte Trennung der Ursachen ist nicht immer möglich und erfordert meist vergleichende Untersuchungen sowie gezielte Nachstellversuche.

■ 8.1 Effekte und Einsatz von DSC, TMDSC, OIT, TMA und DMA

Der Begriff Thermische Analyse vereint Methoden, die physikalische oder chemische Eigenschaften eines Materials in Abhängigkeit von der Temperatur beschreiben. Die Proben werden dabei meist einem definierten Temperaturprogramm unterworfen, wobei Enthalpieänderungen (DDK, DSC), Ausdehnungsverhalten (TMA), Zersetzungsverhalten (TG) oder dynamisch-mechanisches Verhalten unter definierter Belastung (DMA) gemessen werden. Für alle Messverfahren gelten einige grundlegende Hinweise für die Auswahl und Vorbereitung der Proben zur Messung physikalischer und chemischer Eigenschaften sowie physikalischer Umwandlungen, Tabelle 8.1.

Tabelle 8.1 Bestimmung physikalischer und chemischer Eigenschaften und physikalischer Umwandlungen mit den Verfahren der Thermischen Analyse

| | DSC | TG | TMA | DMA |
|--|-----|-----|-----|-----|
| Physikalische Eigenschaften | | | | |
| Spezifische Wärmekapazität | XXX | | | |
| Ausdehnungskoeffizient | | | XXX | |
| E-Modul, Dämpfung, Zustandsbereiche | | | | XXX |
| Physikalische Umwandlungen | | | | |
| Schmelzen / Kristallisieren | XXX | | X | X |
| Verdampfen / Trocknen | X | XXX | | |
| Glasübergang / Erweichung / Zustandsbereiche | XX | | XX | XXX |
| Chemische Eigenschaften | | | | |
| Zersetzung / Pyrolyse / Oxidation | XXX | XXX | | |
| Zusammensetzung / Gehaltsanteile | XX | XXX | X | X |
| Vernetzen / Vulkanisieren | XXX | | XX | XX |

Da bei der Schadensanalyse oft nur wenige Proben vorhanden sein können und nach der Probenpräparation die Formteile u. U. nicht mehr genau zuordenbar sind, ist die genaue Dokumentation und Beschriftung der Proben erste Voraussetzung für die spätere Interpretation der Messergebnisse. Vorrangiges Ziel der Probenvorbereitung in der Schadensanalyse ist es, durch gezielte Probenentnahme im Sinne der Schadenshypothese, oder aber auch durch eine Probenbeeinflussung, wie z. B. Tempern, Konditionieren, einen schadensrelevanten Vergleich zu ermöglichen.

Die Verfahren der Thermischen Analyse müssen bezüglich der Probenvorbereitung in zwei Gruppen unterteilt werden, Tabelle 8.2.

- DSC, OIT, TG: besondere Aufmerksamkeit sollte aufgrund der kleinen Probenmengen auf der gezielten Wahl der Entnahmestelle liegen, die Einhaltung einer bestimmten Geometrie ist nicht erforderlich;
- TMA, DMA: erfordern eine genaue Präparation der Geometrie, Fehler sind bei unregelmäßigen und inhomogenen Proben bzw. richtungsabhängigen Messungen möglich.

Tabelle 8.2 Probenauswahl und -vorbereitung für Verfahren der Thermischen Analyse

| DSC | OIT | TGA | TMA | DMA |
|---|-----|--|-----|-----|
| Probenvorbereitung: schonende Probenentnahme, keine Temperatureinwirkung, keine mechanische Belastung (z. B. Quetschung durch Schraubstock, Seitenschneider usw.), Vorsicht bei Medieneinfluss (z. B. Bohrmilch, Reinigungsmittel), Informationen über mögliche Vorbehandlung im Vorfeld einholen, ggf. Konditionierung oder Trocknung für Vergleichbarkeit. | | | | |
| Wahl der Entnahmestelle! | | Genaue Probengeometrie! | | |
| Oberfläche / Kern | | Planparallele Seitenkanten | | |
| angussnah /-fern | | Fehler durch Fehlstellen (z. B. Lunker, Vakuolen, Agglomerate) | | |
| an schadensrelevanten Stellen (z. B. Bindenaht, Auflageflächen) | | richtungsabhängige Ergebnisse (z. B. durch Füllstoffe, Orientierung, Verstreckung der Probe) durch gezielte Messrichtung möglich | | |
| an geometrisch kritischen Stellen z. B. bezüglich Fließfronten, spitzen Ecken, scharfen Kanten, großen Querschnittsänderungen im Bauteil | | | | |

Es sind dabei verschiedene Effekte und Einsatzgebiete der verschiedenen Messmethoden auch unter Berücksichtigung der verschiedenen Werkstoffe, amorphe und teilkristalline Thermoplaste, Duroplaste und ggf. Zusatzstoffe zu unterscheiden.

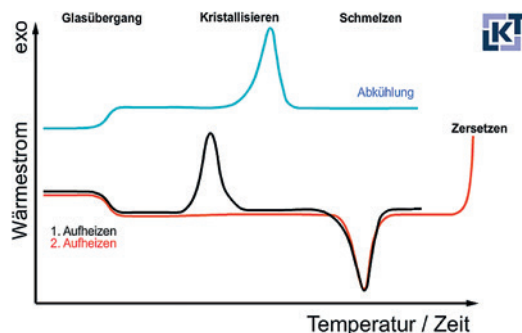
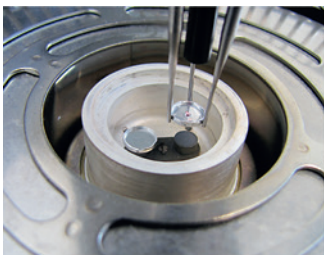


Bild 8.1 DSC - Effekte und Einsatzgebiete: Werkstoffidentifizierung, Verunreinigung, Kristallinitätsbestimmung, Thermische Vorgeschichte, Kennwerte, Aushärtezustand, c_p -Bestimmung, OIT-Messung, Trennung überlagerter Effekte

Index

Symbole

ΔH^m_0 66
2 %-Methode 130, 137
100 % kristallines Material 61
 α -Kurve 160
 α β γ -Übergänge 119

A

Abkühlbedingungen 175, 178
Abkühlgeschwindigkeit 66, 81, 88
Abkühlphase 63
Abkühlung 162
Ablauf einer Messung 48
Ablenkspiegel 223
Abrasion 34
ABS 16, 161
ABS (®Terluran 877T) 137
ABS (®Ultrason 1010) 138
Absorption 57
Abtastbereich 221
Abtropfverhalten 12
Additive Fertigung 111
Adsorption 57
AFM (Atomic-Force-Microscope) 213
AFM-Spitze 214
Agglomerate 171
aliphatische Polymere 3
Alterung 77, 114
Alterungserscheinungen 219
Aluminiumtiegel 51
amorph 132
amorphe Kunststoffe 225
amorphe Thermoplaste 82, 113, 160, 175
Andruckkraft 220, 223
anisometrische Füllstoffe 40
anisotrope Wärmeleitung 31
Anisotropie 153, 164
Anpassungszeit 157
Anspritzrichtung 40
Anwendungen 161
Anwendungen OIT-Messungen 77
aromatische Polymere 3
ASA/PC 142
ataktisches Polystyrol 187f.
Atmosphäre 101
Aufheizen 53
Aufheizgeschwindigkeit 60, 88
Aufheizrate 93
Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeit 88
Aufheiz- und Abkühlvorgänge 82
Aufheizvorgang 13
Auflagefläche 156
Auflast 157
Ausdehnung 160
Ausdehnungskoeffizient 170
Ausdehnungskurve 151, 160
Ausdehnungsverhalten 154
Ausdehnungsverhalten (TMA) 170
Ausglühen 216
Aushärtegrad 69
Aushärtezustand 69, 182
Aushärtezustand von Duroplasten 44
Aushärtungsreaktion 204
Auslenkung 223

Auswertemöglichkeiten 106
 Auswertung 56, 76, 97, 125 f.
 – Ausreißer 196, 199
 – Auswertemethoden 130
 – Auswerteverfahren 128, 204
 Automobilsektor 5

B

Basislinien 85
 Bauteil 9
 Bauteilauslegung 119
 Beflammung 6, 12
 Belastung 223
 belastungsabhängige Längenausdehnung 159
 Benetzungsunterschiede 75
 Biegebeanspruchung 122
 Biegung 115
 Blitzlichtquelle 32
 Brandentstehung 2
 Brandklassifizierung 3, 8
 Brandprüfungen 5
 Brandschutz-Additive 1
 Brandszenario 4
 brennbare Gase 2
 Brennbarkeit 3
 Brennbarkeitsklassen 6, 8 f.
 Brennmaterial 2

C

C22.2 5
 Carbonisierungsanteil 3
 chemische Alterung/Abbau 175, 178
 chemische Analytik 195
 Chemisorption 57
 Cone-Calorimeter 1, 5, 11 f.
 Cone-Calorimeter-Technologie 10, 16
 CSA 5

D

Dämpfung 131 f.
 Dauergebrauchstemperatur 135

DDK 201, 209
 – Ringversuch 201
 Desorption 57
 Detektor 223
 Dickenabhängigkeit 16
 differentieller Längenausdehnungskoeffizient 152, 158
 Differenz 144
 digitaler Aufwand 94
 Dimensionierungskennwerte 120
 dissipierte Energie 117
 DLDK 46
 DMA
 – Ringversuch 208
 DMA-Effekte 173
 Druck 82, 187
 Druckaufnehmer 24
 Druckbeanspruchung 122
 Druckmessung 24
 DSC 46
 DSC-Chip 84
 DSC-Effekte 171
 DSC-Messprinzipien 46
 DTG 15
 Duroplaste 160
 Dynamische OIT 76

E

Eigenschaftsänderungen 115, 119
 Eigenstrahlung 24
 Eindringen des Sensors 217
 Einflussfaktoren 220
 Einkomponentenkleber 202 f.
 Einkomponenten-Material 127
 Einsatz/Gebrauch 175, 178, 183
 Einsatzgrenzen 118
 Einsatzmöglichkeiten thermoanalytischer Messtechniken 97 f.
 Einsatztemperaturen 119
 Einspannung 125
 Einwaagemenge 51, 74, 75
 elastisch 114, 125
 Elastizitätsmodul 115, 175
 Empa 199

Empfindlichkeit 47
Endtemperatur 53, 101 f., 157
Entformungsmittel 106
Enthalpie 43
– kritischer Quotient 209
– Ringversuch 202, 209
Enthalpieänderungen 170, 208
Enthalpiebestimmung 64
Enthalpieerhöhung 43
Entmischungen 110
Entnahmestelle 99, 171
Entorientierung > T_g 153
Entzündlichkeit 3
Entzündungszeit 10
EP-Harz 100
Epoxidaushärtung 202
Epoxidharz (@L20-VE3261) 138
Epoxidharz-Systeme 201
EP-Reaktionsharze 183
Erweichung 170
Erweichungstemperaturen 154
erweiterte Unsicherheit 196
Erweiterungsfaktor 196
exotherme Reaktionen 57
experimentelle Standardabweichung
199, 204
extrapolierte Onsettemperaturen 218

F

Faserverstärkungen 119
Fe-CuNi 23
Fehlerquellen 97
FeKo 23
feste Phase 25
feste verkohlte Rückstände 2
Festigkeit 131 f.
Feuchtigkeit 29, 183
Feuchtigkeitsgehalt 98
FISO/A 135
flammgeschützte Polymere 4
flammmhemmende Substanzen 4
Flammschutzmittel 3
Fließtemperatur 113
flüssige Phase 25

Folien und Fasern 156
Fourier'scher Ansatz 21
Frequenzabhängigkeit 119
FT-IR 16
Füllgrad 37
Füllstoffe und Additive 175
Füllstofforientierung 40

G

Gasatmosphäre 48
Gase 16
Gefta 110
Gefta-Rundversuch 68
gefüllte Kunststoffe 35
Gerätebauweisen 119
Gerätefabrikat 207
Gerätetyp 91
Gesamtkristallisationsgeschwindigkeit
66
Glasfasern 164
glasfaserverstärkte PA 66-Probe 215
Glastemperatur 82
Glasübergang 43, 57, 59, 130, 159 f., 170,
175
Glasübergang (2 %-Methode) 108
Glasübergangsbereich 57, 68
Glasübergangstemperatur 25, 109 f., 118,
127 f., 133, 135, 161, 203 f., 226
– Ringversuch 204
Gleichgewichtsschmelztemperatur 62
globuläre Füllstoffe 164
globuläre Probe 84
Gnomixgerät 187
Granulattrocknung 99
Graphit 34
Grenzschicht 21
GUM 195, 200

H

HALS (Hindered Amin Light Stabilisator)
71
Härtungstemperatur 183
Härtungsverlauf 43

Härtungszeit 183
 HDT 134
 Heizdrahtsensor 28
 Heizfoliensensor 26
 Heizrate 53, 101, 125, 157, 204, 220
 Heizraten 55, 82, 86, 224
 Hilfsmittel 86
 Hochdruckstahlkapsel 52
 Horwitz-Funktion 200
 Hot-Disk 23
 Hot-Disk-Gerät 26
 Hot-Disk-Methode 30
 Hot-Disk-Verfahren 25
 Hot-Strip 23
 Hot-Wire 23
 Hystereseeffekte 218

I

Identifizierung 175, 178, 226
 Identifizierung anhand der Lage von T_g 183
 Indium 92, 105
 induktiver Wegaufnehmer 154
 Inhomogenitäten 110
 instationäre Verfahren 23
 Interlaborvergleiche 209
 Interpretation 125
 Intralaborvergleiche 209
 IR-Spektroskopie 228
 ISO Guide 43 199
 ISO/IEC Guide 98-3 195, 200
 isotaktisches Polypropylen 187f.
 isotherme Kristallisationstemperatur 62
 isotherme OIT 206

J

Juicing 4
 Justage 216

K

Kalibrierdaten 85
 Kalibrierfaktor 161

Kalibrierparameter 92
 Kalibriersubstanz 92, 105
 Kalibriersubstanzen 54 f., 103
 Kalibrierung 103 f., 218
 Kalibrierung des Sensors 216
 Keramiken 34
 Klassifizierung 9
 Kleberhärtung 99
 Klebe- und Fügetechnik 219
 Klebstoffe
 – Ringversuch 202
 Kolbengerät 187
 kombinierte Standardunsicherheit 199
 Kombinierte Standardunsicherheit 196
 komplexer E^* -Modul 116
 Konditionieren 170
 Kontaktprobleme 27
 Kontakt-Tiegel-Probe 111
 konvektive Wärmeübertragung 20
 Kreide 186
 Kristallinität 69, 200
 Kristallinitätsbestimmung 44
 Kristallisation 43
 Kristallisationsenthalpie 64
 Kristallisationsgeschwindigkeit 144
 Kristallisationsgrad 29, 59, 61
 Kristallisationsgrad mittels ΔH^m_0 66
 Kristallisationskurve 61
 Kristallisationspeak 88
 Kristallisations- (T_c) und Schmelzpeak 144
 Kristallisationstemperatur 60
 Kristallisieren 170
 Kritische Differenz 196
 Kritischer Quotient 197, 209
 – Enthalpie 209
 – OIT 209
 – Oxidative Induktionszeit 209
 – Speichermodul 209
 – Verlustmodul 209
 Kühlrate 53, 162, 204
 Kühlraten 86
 Kupfertiegel 52
 Kurvenmaxima 130

L

Lackieren 142
Lagerstabilität 69
Längenausdehnungskoeffizient 151, 164
langzeitiges Verformungsverhalten 141
Laserblitz 29
Laser-Flash-Methode 32f.
Laserstrahl 221
Lichtschutzmittel 71
Limiting-Oxygen-Index 5
lineare und logarithmische Darstellung 109
lineare Viskoelastizität 114
linear-viskoelastisch 125
Lunker 171

M

MAD 197, 199
– und Standardabweichung 199
Makrolon M2600 132
Makrostempel 156
Martens 135
Masseaustritt 105
Maßhaltigkeit 153
Maßschwankungen 162
Materialdicken 23
Materialkennwert 151
Materialvergleiche 208
maximale Abkühl- und Aufheizgeschwindigkeit 81
MCC 15
MCC-Messung 14
Median 197, 199, 204, 209
Medien 183
Mehrkomponentenspritzguss 219
Mehrschichtaufbau 228
Mehrschichtsysteme 219
Messablauf 97
Messapparatur 221
Messbereiche 106
Messergebnis 195, 197
Messfehler 23

Messmethode 31
Messparameter 25, 77
Messprinzip 45, 154
Messpunkte 222
Messstempel 151, 157
Messtechnik 97
Messung 220
Messunsicherheit 195, 197, 200
siehe auch Ringversuch
Messvorgang 82
Messwiederholungen 209
Messzeiten 19, 26
Metallbeschichtung 231
Mettler Toledo 85
MFR 195
Micro-Cone-Calorimeter 5
Microscale-Cone-Calorimeter 1
Mischbarkeit 68
Mittenpunktstemperatur 59, 107, 128
mittlerer thermischer Längenausdehnungskoeffizient 158
Modifikationen 178
Modifikationen, Zusatzstoffe 175
Multilayer-Rohr 228

N

Nachhärtereaktion 231
Nachhärtung 82, 162, 183
Nachkristallisation 162
Nano-Flash-Apparatur 33
Nano-Flash-Verfahren 23
neuronale Netzwerke 16
nichtbrennbare Gase 2
nicht-linear-viskoelastisch 126
NiCr-Ni 23
normale DSC 81
Normalstempel 156
Normaltiegel 102
Normal- und Drucktiegel 103
NTB 199
Nukleierungseffekt 101

O

Oberbach 136
 Oberflächenspannung 84
 Oberflächentemperatur 21
 Oberflächentopographie 213
 Offset-Methode 206
 OIT 45, 71
 – Kritischer Quotient 209
 – Ringversuch 206, 209
 OIT-Effekte 172
 OIT-Messkurve 73
 OIT-Temperaturen 72
 OIT-Zeiten 72
 Onsettemperatur 129, 218
 Orientierungen 175, 178
 Oxidation 170
 Oxidative Induktionstemperatur
 – Ringversuch 206
 Oxidative Induktionszeit
 – Kritischer Quotient 209
 – Ringversuch 206, 209
 Oxidative Induktionszeit OIT 205

P

PA 6 88, 230
 PA 6I/6T 204
 PA 66 139, 226
 PA 66-GF 227
 PA 66-GF25 104
 PA 66-GF30 99, 165
 PA 66 Inhomogenitäten 226
 PA GF30 164
 Parameterwahl 97
 Parker-Formel 22
 PBT 99, 106, 133, 164
 PBT (@Pocan B1501) 139
 PBT-30GF Thermoplast 185
 PC 16, 87, 133, 204, 207f., 225
 PC (@Makrolon 2805) 137
 PC-ABS 15
 PC-ABS-FR 15
 Peakfläche 94
 Peaktemperatur 60, 64, 203, 209

Peaktemperatur der Aushärtungsreaktion 204
 PE-HD 201, 202, 203
 PE-LD 203
 Penetration 160
 Penetrationsstempel 156
 perforierte Deckel 105
 PES 136
 PET 201, 202, 203
 Phasenwinkel 116
 PHB 201, 202
 Photodiode 213
 Physikalische Alterung/Medien 175, 178
 Physikalische Alterung/Tempern 175, 178
 plättchenförmige Füllstoffe 37
 plättchenförmiger Graphit 31
 Plattengeräte-Verfahren 23
 PMMA 204, 207, 208
 Polieren 221
 Polykondensate 208
 Polystyrol 168N 110
 POM 84, 88, 89
 PP 88, 110, 140, 188, 201, 202, 227
 PPA 204
 PPS 163, 201, 202, 203, 204
 PPS-Vernetzungseffekt 102
 praktische Anwendungen 77
 Proben 174
 Probenentnahme 50, 171
 Probengeometrie 101, 157
 Probengeometrien 118
 Probengröße 85
 Probeninformationen 77
 Probenmasse 101
 Probenmaterial 49
 Probenmenge 223
 Probenpositionierung 219
 Probenpräparation 48, 86, 216
 Probenvorbehandlungen 98
 Probenvorbereitung 49, 74, 97, 124, 156, 171, 219
 Probleme 82
 Proficiency-Testing 199
 Prüfbericht 77

Prüfdurchsatz 16
Prüfkörper 9, 84
Prüfkörperherstellung 82
PS 204
PSU 204
Pyrolyse 2, 170

Q

quantitative Auswertung 217
Quarz 186
Quarzglasstempel 154
Quecksilberbad 187

R

Rahmenbedingungen 81
Randbereiche 37
Randfaserdehnung 115
Randschicht 227
Rapid-Mass-Calorimeter 12
Rasterkraftmikroskop 213
Rauchgas-Analyse 16
Rauchgasdichte 3, 10
Rauigkeit 220, 223
Reaktionsenthalpie 201f.
– Ringversuch 202
Reaktionsharz 162
Reaktionsharze 100
Reaktionskinetik 183
Reaktionspeaktemperatur 203
– Ringversuch 204
Redox-Reaktion 57
Referenzmaterial 195, 200
Referenzprobe 48
Referenzwert 195
relaxierend 114
Reproduzierung des Messergebnisses 226
Rezepturbestandteile 68
richtungsabhängige Ergebnisse 171
richtungsabhängige Wärmeleitfähigkeit 37
Riedel und Trawiel 85
Rieger 127

Ringversuch
– DMA 208
– Enthalpie 209
– Glasübergangstemperatur 204
– Klebstoffe 202
– OIT 206, 209
– Oxidative Induktionstemperatur 206
– Oxidative Induktionszeit 206, 209
– Reaktionsenthalpie 202
– Reaktionspeaktemperatur 204
– Schmelzenthalpie 202
– Schmelzpeaktemperatur 204
– Speichermodul 208f.
– Verlustmodul 208f.
– Wärmekapazität 205
Ringversuchsdaten 199
Ringversuchsplots 207
Ringversuchswerte 195
Rohmaterial 9

S

Saphir 94
Sauerstoff 2
Sauerstoffindex 5
Sauerstoffverbrauchsmethode 10
Scanfeld 213
Scangeschwindigkeit 222
Scanparameter 220
Scantemperatur 222
Scanvorgang 214
Schawe 88
Schichtausbildung 37
Schichtstruktur 37
Schick 85
schlechte Wärmeleitung 111
Schmelzbereich 217
Schmelzeffekte 224
Schmelzekanäle 24
Schmelzen 43, 57, 170, 217
Schmelzenthalpie 61f., 64, 200, 202
– Ringversuch 202
Schmelzenthalpie ΔH_m 201
Schmelzen und Kristallisation 175
Schmelzereste 222

Schmelz- oder Fließtemperatur 177
 Schmelzpeak 88
 Schmelzpeaktemperatur 203f.
 – Ringversuch 204
 Schmelztemperatur 59, 230
 Schneckenorraum 24
 Schrumpf 154
 Schub 115
 Schubmodul 131f.
 Schwindung 162
 Schwingarm 214
 Seitenschneider 171
 Selbstentzündungstemperatur 3
 Sensor 82
 Sensor ausglühen 222
 Sensorauslenkung 217, 225
 Sensorspannung 217
 Sensorvorbereitung 219
 Sensorwiderstand 222
 Silbermantel 214
 Silikonöl 85
 Simulationsmethoden 1
 Simulationsrechnungen 27
 Single-Cantilever-Modus 207
 spannungsabhängig 114
 Spannungszustände 120
 Speichermodul 116, 208
 – Kritischer Quotient 209
 – Ringversuch 208f.
 Speichermodul E 207
 Speicher- oder Verlustmodul 114f.
 Spezifikation 195
 Spezifische Wärmekapazität 170
 Spritzprozess 23
 Spülgas 52, 76, 91, 106, 125
 Stabilisatoren 44
 Stabilisatorwirkung 71
 Stabilisierung 175, 178
 Stabilisierungssysteme 205
 Standardabweichung 197
 – und MAD 199
 Standardabweichung zwischen den
 Labors 199
 Standardmessfrequenz 124f.
 Standardunsicherheit 197

Starttemperatur 52, 157
 stationäre Verfahren 22
 Statische OIT 76, 206
 Stauchung 155
 Steigende Heizrate 57
 Stempelgeometrie 151
 Stickstoff 55, 106
 Strahlungskonstante 21
 Strahlungswärmeübertragung 21
 Strömungskanal 24
 Strömungsverhältnisse 40
 Strukturbildungen 81
 Stufenauswertung 109, 128
 Sublimation 57
 SWO-Messaufbau 28

T

Talkum 186
 Tangentenmethode 130, 206
 teilkristallin 131
 teilkristalline Kunststoffe 225
 teilkristalline Thermoplaste 60, 160
 temperaturabhängig 114
 Temperaturkalibrierung 55, 92, 103, 161,
 218f.
 Temperaturleitfähigkeit 22, 25, 32
 Temperaturleitzahl 22
 Temperaturmodulation 221
 temperaturmodulierte Amplitude 221
 Temperaturmodulierte DSC 69
 Temperaturprogramm 49
 Temperatursensor 213f.
 Temper-Effekt 163
 Temperier-Equipment 25
 Tempern 170
 TGA 15
 Tg-Auswertung 160
 THD 135
 thermische Beständigkeit 77
 thermische Einsatzgrenzen 113, 133, 141
 thermischer Abbau 114
 thermischer Kontaktwiderstand 26
 thermischer Längenausdehnungs-
 koeffizient 151f.

thermische Stabilität 175
thermische Vorgeschichte 44 f., 68
Thermoelemente 23
Thermogravimeter-Analyse 1
Thermogravimetrie 15, 186
Thermo-Gravimetrie-Effekte 173
Tiegel 51, 91
Tiegelart 102
Tiegelbenetzung 75
Tiegelmaterial 104
Tiegelwerkstoff 105
TMA-Effekte 173
TMA-Gerät 154
TMA-Messstempelformen 155
TMDSC 69, 109
TMDSC-Effekte 172
TMDSC-Messung 110
Topfzeit 201
Topographie 214 f.
Topographie-Bild 221
Topographie, schattiert 215
topographische Merkmale 221
Torsionsbeanspruchung 122
Torsionsschwinggerät 120
Torsionsschwingversuch 127
TPE 101
TPE-Nukleierungseffekt 101
Transiente Verfahren 19
Trennwirkung 85
tribologische Eigenschaften 185
TzeroTM-Sensortechnologie 47

U

Übergänge 113
Übergangstemperaturen 227
UL
– 5V 7
– 5VA 7
– 5VB 7
UL 94 1
UL 94 V 5
UL 94 V-Test 7
Ultramid B3 131
Umkristallisation 53

Umwandlungswärme 94
Ungefüllte Kunststoffe 20
Unsichere Kristallisationsgrade 66
Unsicherheit 126
Unsicherheitsdaten 195
unterschiedliche Füllstoffe 77
UV-Absorber 71

V

Vakuolen 171
VE-Duroplast 162
Veränderungen der Probe 103
Verarbeitbarkeit 4
Verarbeitung 175, 178, 180
Verarbeitung/Härtung 183
Verarbeitungsbedingungen 226
Verarbeitungstemperatur 202
Verarbeitungstemperaturen 175, 178
Verbrennung 57
Verdampfen 43, 57
VE-Reaktionsharze 184
Vergleichbedingungen 197
Vergleich der Alterungsbeständigkeit 77
Vergleichsgrenze 198
Vergleichsstandardabweichung 198, 200,
209, *siehe auch Ringversuch*
– Median 198
Verlustfaktor 116
Verlustmodul 117, 131 f.
– Kritischer Quotient 209
– Ringversuch 208 f.
Verlustmodul E'' 116, 207
Vernetzen 170
Vernetzung und Abbau 101
Verschlaufungen 29
Versuchsanordnung 124
Verträglichkeit 68
Verunreinigungen 44
Vicat 134 f.
Vinylacetat 228
viskoelastisch 114
Viskoelastizität 114
viskos 114
Vorbehandlung 98

Vorgehensweise 74, 216
Vorgeschichte 162
Vorhandensein von Stabilisatoren 77
Vorpräparation 85

W

Wahl der Messtechnik 97
Wandstärke 1
Wärmeausdehnungskoeffizient 31
Wärmediffusität 22
Wärmeentwicklung 3
Wärmeformbeständigkeitstemperatur 134
Wärmefreisetzung 10 f., 14
Wärmekalibrierung 55, 94
Wärmekapazität 31
– Ringversuch 205
Wärmekapazitätskalibrierung 56, 94
Wärmekontakt 84
Wärmeleitfähigkeit 19 f., 22, 30 f., 222
Wärmeleitfähigkeit 28
Wärmeleitfähigkeitsbild 221
Wärmeleitfähigkeitsdifferenzen 215
Wärmeleitfähigkeitsscan 231
Wärmeleitfähigkeitssensor 27
Wärmeleitfähigkeitsunterschiede 214
Wärmeleitung 20 f.
Wärmemenge 23
Wärmequelle 19
Wärmestrahlung 10
Wärmestrom 20
Wärmestromdichte 40
Wärmestrom-Differenzkalorimeter 45
Wärmestromkalibrierung 56
Wärmestromkurve 205
Wärmeträgermedium 20
Wärmeübergang 20
Wärmeübergangskoeffizient 20 f.

Wärmeübertragung 20, 82
Wärmeübertragung durch Strahlung 20
Wärmestromkurve 201
Wechselwirkung 105
Wendepunkt 129
Wendepunktmethode 128
Wendepunktsmethode 107
Werkstoffidentifizierung 44, 68
Werkzeugwandtemperatur 23
Widerstandsthermometer 23
Wiederholbedingungen 198, 209
Wiederholgrenze 198
Wiederholmessungen 207
Wiederholstandardabweichung 198 f.,
209, *siehe auch Ringversuch*
– Median 198
Wirksamkeit von Stabilisatoren 77
Wollaston-Draht 214

X

Xenon-Lampen 29

Z

zeitabhängig irreversibel 114
zeitabhängig reversibel 114
Zeitkonstante 47
Zeit-Temperatur-Verschiebung 119
Zersetzen 43
Zersetzung 57, 170
Zersetzungsverhalten (TG) 170
Z-Piezo-Position 221
Zugbelastung 122
Zusammensetzung 170, 175
Zusatzstoffe 178, 185
Zustandsbereiche 113, 170, 187
Zweikomponenten-Klebstoffe 202 f.
Zwischenbedingungen 198