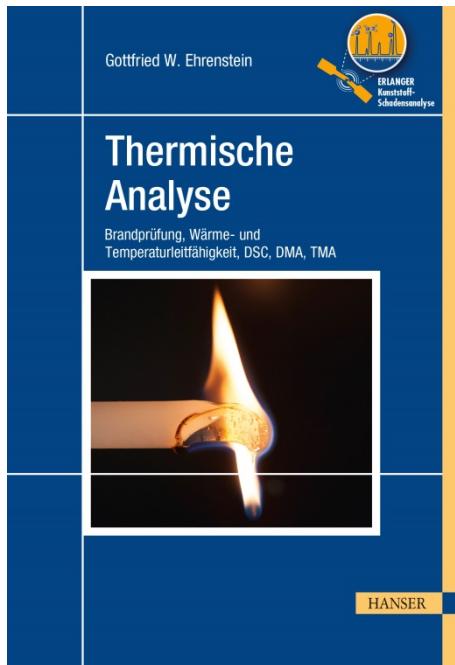


HANSER



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.

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.



(LKT Erlangen)

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 Infusionsschlüchten 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.

Inhalt

Der Herausgeber	VII
Begleitwort zum Buch „Thermische Analyse“	IX
1 Brandprüfungen brandgeschützter Polymere	1
<i>Von Dr.-Ing. Bahman Sarabi</i>	
1.1 Aussagefähigkeit von Brandprüfungen	1
1.2 Brandentstehung bei polymeren Werkstoffen	2
1.3 Einflussgrößen der Brennbarkeit	3
1.4 Ziel der Entwicklung flammhemmender Polymere	4
1.5 Brandprüfungen	5
1.5.1 UL 94 V	5
1.5.2 Cone-Calorimetry	10
1.5.3 Vergleich UL 94 und Cone-Calorimeter	12
1.5.4 Microscale-Combustion-Calorimeter „MCC“	13
1.6 Thermogravimetrie	15
1.7 Schlussfolgerung	16
1.8 Normen	17
2 Wärme- und Temperaturleitfähigkeit	19
<i>Mit Dr.-Ing. Christoph Heinle</i>	
2.1 Messverfahren Wärme- und Temperaturleitfähigkeit	19
2.1.1 Einleitung	20
2.1.1.1 Wärmeübertragung	20
2.1.1.1.1 Wärmeübergang und Wärmeübergangskoeffizient	20
2.1.1.1.2 Strahlungswärmeübertragung	21
2.1.1.1.3 Wärmeleitung und spez. Wärmeleitfähigkeit	21

2.1.1.2	Messverfahren	22
2.1.1.2.1	Temperatur- und Druckmessung – Spritzguss	23
2.1.1.2.2	Wärme- und Temperaturleitfähigkeitsmessung	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
<i>Prof. Dr. Samuel Affolter, Dr. Bruno Wampfler</i>	
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 – μTATM	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.

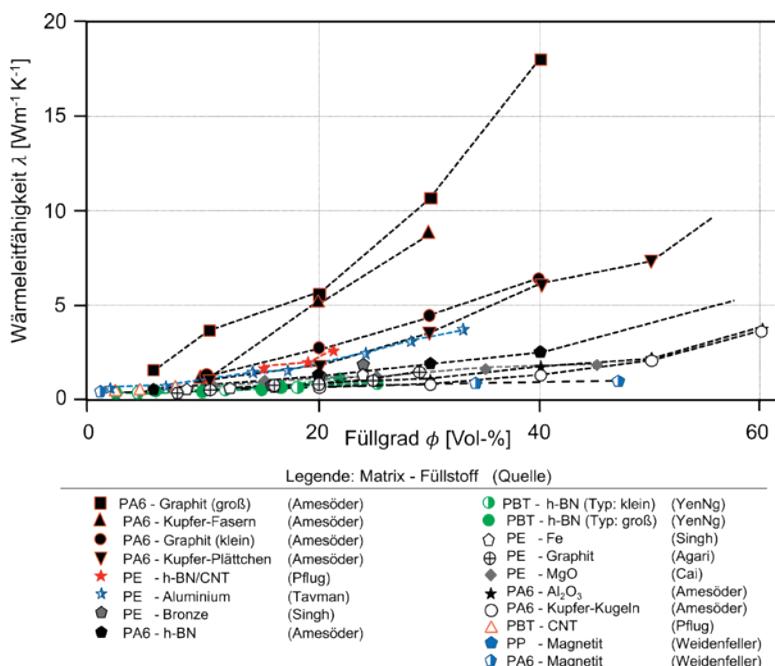


Bild 2.10 Wärmeleitfähigkeiten [W/mK] gefüllter Kunststoffe verschiedener Matrix-Füllstoff-Zusammensetzungen, Thermoplaste

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.

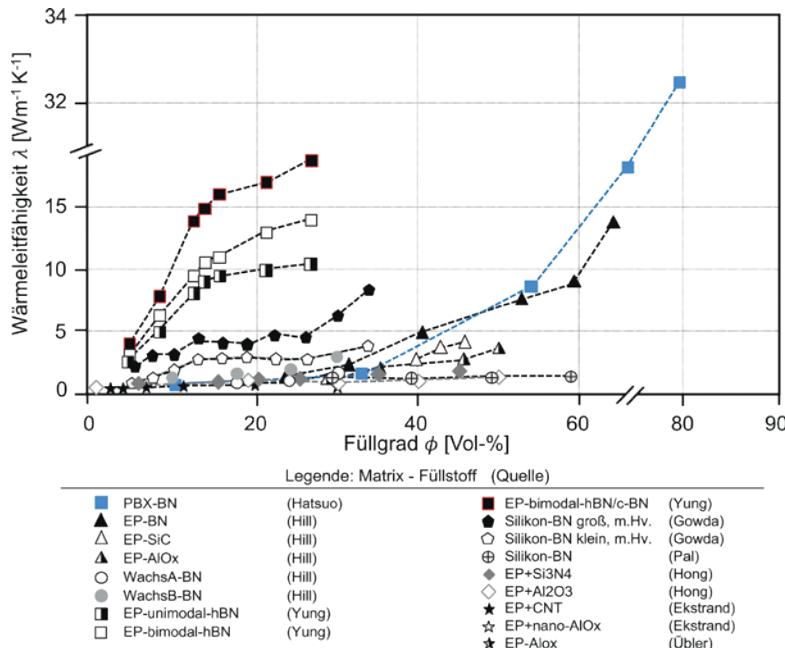


Bild 2.11 Wärmeleitfähigkeiten [W/mK] gefüllter Kunststoffe verschiedener Matrix-Füllstoff-Zusammensetzungen, Duroplaste

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.

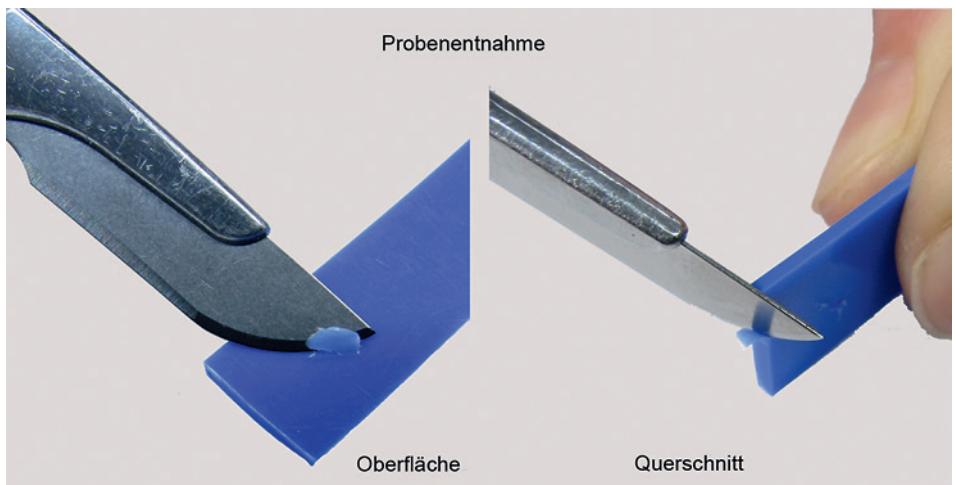


Bild 3.4 Gezielte Wahl der Entnahmestelle der Probe



Bild 3.5 Probenentnahme durch Schneiden oder Stanzen ohne Quetschen oder Erwärmung 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) förmert.

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 ΔT ($= T_m^0 - T_c$) abhängig.

7

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 reversiblem Materialverhalten

Der thermische Längenausdehnungskoeffizient kann als mittlerer $\bar{\alpha}(\Delta T)$ oder differenzierter $\alpha(T)$ 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:

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

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.

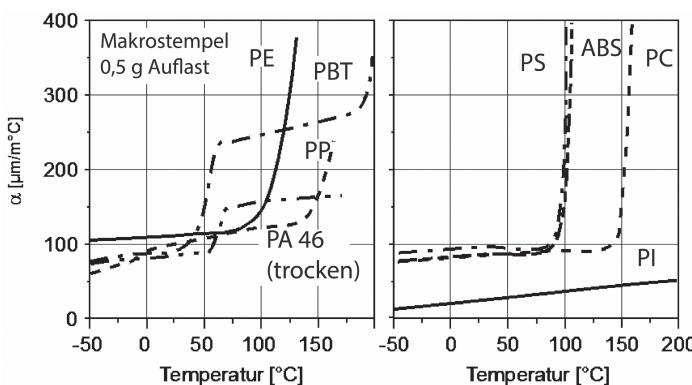


Bild 7.1 Exemplarischer Verlauf thermischer Längenausdehnungskoeffizienten von teilkristallinen (links) und amorphen (rechts) Thermoplasten (LKT)
Makrostempel, Probenquerschnitt ca. $6 \times 6 \text{ mm}$, Auflast 0,5 g, Heizrate $3 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$

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.

8

Thermische Analyse – Vergleich Messmethoden

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), Zersetzungsvorverhalten (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. Temperiern, 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 angussnah /-fern an schadensrelevanten Stellen (z. B. Bindenäht, Auflageflächen) an geometrisch kritischen Stellen z. B. bezüglich Fließfronten, spitzen Ecken, scharfen Kanten, großen Querschnittsänderungen im Bauteil		Planparallele Seitenkanten Fehler durch Fehlstellen (z. B. Lunker, Vakuolen, Agglomerate) richtungsabhängige Ergebnisse (z. B. durch Füllstoffe, Orientierung, Verstreckung der Probe) durch gezielte Messrichtung möglich		

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.

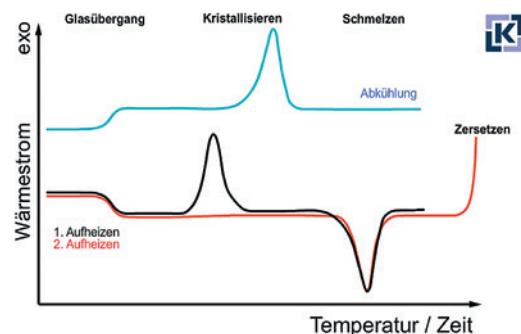
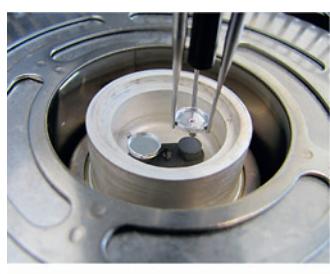


Bild 8.1 DSC - Effekte und Einsatzgebiete: Werkstoffidentifizierung, Verunreinigung, Kristallinitätsbestimmung, Thermische Vorgeschichte, Kennwerte, Aushärtezustand, c_p -Bestimmung, OIT-Messung, Trennung überlagerter Effekte

Index

Symbolen

ΔH^m_0 66
2 %-Methode 130, 137
100 % kristallines Material 61
 α -Kurve 160
 $\alpha \beta \gamma$ -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 877) 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
Alterungerscheinungen 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
Aufheizungsvorgang 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, 125f.
- Ausreißer 196, 199
- Auswertemethoden 130
- Auswerteverfahren 128, 204
Automobilsektor 5

B

Basislinien 85
Bauteil 9
Bauteilauslegung 119
Beflammlung 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, 8f.
Brennmaterial 2

C

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

D

Dämpfung 131f.
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 202f.
Einkomponenten-Material 127
Einsatz/Gebrauch 175, 178, 183
Einsatzgrenzen 118
Einsatzmöglichkeiten thermoanalytischer Messtechniken 97f.
Einsatztemperaturen 119
Einspannung 125
Einwaagemenge 51, 74, 75
elastisch 114, 125
Elastizitätsmodul 115, 175
Empa 199

Empfindlichkeit 47
 Endtemperatur 53, 101f., 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 131f.
 Feuchtigkeit 29, 183
 Feuchtigkeitsgehalt 98
 FISO/A 135
 flammgeschützte Polymere 4
 flammhemmende 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, 159f., 170, 175
 Glasübergang (2 %-Methode) 108
 Glasübergangsbereich 57, 68
 Glasübergangstemperatur 25, 109f., 118, 127f., 133, 135, 161, 203f., 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
Hystereseffekte 218
- I**
- Identifizierung 175, 178, 226
Identifizierung anhand der Lage von Tg 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 54f., 103
Kalibrierung 103f., 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- (Tc) 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
 Schmelzkanäle 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
Schneckenvorraum 24
Schrumpf 154
Schub 115
Schubmodul 131f.
Schwindung 162
Schwingarm 214
Seitenschneider 171
Selbstentzündungstemperatur 3
Sensor 82
Sensor ausglühen 222
Sensorsauslenkung 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
teikristallin 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 44f., 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 214f.
 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
 Vergleichstandardabweichung 198, 200,
209, siehe auch Ringversuch
 - Median 198
 Verlustfaktor 116
 Verlustmodul 117, 131f.
 - Kritischer Quotient 209
 - Ringversuch 208f.
 Verlustmodul E" 116, 207
 Vernetzen 170
 Vernetzung und Abbau 101
 Verschlaufungen 29
 Versuchsanordnung 124
 Verträglichkeit 68
 Verunreinigungen 44
 Vicat 134f.
 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 10f., 14
Wärmekalibrierung 55, 94
Wärmekapazität 31
– Ringversuch 205
Wärmekapazitätskalibrierung 56, 94
Wärmekontakt 84
Wärmeleitfähigkeit 19f., 22, 30f., 222
Wärmeleitfähigkeit 28
Wärmeleitfähigkeitsbild 221
Wärmeleitfähigkeitsdifferenzen 215
Wärmeleitfähigkeitsscan 231
Wärmeleitfähigkeitssensor 27
Wärmeleitfähigkeitsunterschiede 214
Wärmeleitung 20f.
Wärmemenge 23
Wärmequelle 19
Wärmestrahlung 10
Wärmestrom 20
Wärmestromdichte 40
Wärmestrom-Differenzkalorimeter 45
Wärmestromkalibrierung 56
Wärmestromkurve 205
Wärmeträgermedium 20
Wärmeübergang 20
Wärmeübergangskoeffizient 20f.

Wärmeübertragung 20, 82
Wärmeübertragung durch Strahlung 20
Wärmstromkurve 201
Wechselwirkung 105
Wendepunkt 129
Wendepunktmethode 128
Wendepunktsmethode 107
Werkstoffidentifizierung 44, 68
Werkzeugwandtemperatur 23
Widerstandsthermometer 23
Wiederholbedingungen 198, 209
Wiederholgrenze 198
Wiederholmessungen 207
Wiederholstandardabweichung 198f.,
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 202f.
Zwischenbedingungen 198