

CARL HANSER VERLAG

Gottfried Wilhelm Ehrenstein, Gabriela Riedel, Pia Trawiel

**Praxis der Thermischen Analyse von Kunststoffen**

3-446-22340-1

[www.hanser.de](http://www.hanser.de)

# Inhaltsverzeichnis

<b>Vorwort</b> .....	<b>VI</b>
<b>Inhaltsverzeichnis</b> .....	<b>VII</b>
<b>Normen zur Thermischen Analyse</b> .....	<b>XIV</b>
<b>Liste der verwendeten Abkürzungen und Formelzeichen</b> .....	<b>XVII</b>
<b>Abkürzungen der verwendeten Kunststoffe</b> .....	<b>XXIII</b>
<b>1 Dynamische Differenzkalorimetrie - DDK, DSC</b> .....	<b>1</b>
<b>1.1 Grundlagen der Dynamischen Differenzkalorimetrie</b> .....	<b>1</b>
1.1.1 Einleitung.....	1
1.1.2 Messprinzip.....	2
1.1.3 Messablauf und Einflussfaktoren .....	7
1.1.4 Auswertung .....	7
1.1.4.1 Glasübergang .....	8
1.1.4.2 Schmelzen .....	11
1.1.4.3 Kristallisation .....	19
1.1.4.4 Chemische Reaktion - dynamisches Verfahren.....	23
1.1.4.5 Spezifische Wärmekapazität .....	23
1.1.4.6 Prüfbericht.....	25
1.1.5 Kalibrierung .....	25
1.1.5.1 Temperaturkalibrierung.....	26
1.1.5.2 Wärmekalibrierung (Enthalpiekalibrierung) .....	27
1.1.5.3 Wärmestromkalibrierung mittels bekannter Wärmekapazität .....	27
1.1.6 Temperaturmodulierte DSC (TMDSC).....	29
1.1.7 Übersicht praktischer Anwendungen .....	34
<b>1.2 Praktische Vorgehensweise</b> .....	<b>36</b>
1.2.1 Das Wichtigste in Kürze .....	36
1.2.2 Einflussfaktoren und Fehler bei der Messung .....	39

1.2.2.1	Probenvorbereitung .....	39
1.2.2.2	Einwaagemenge.....	46
1.2.2.3	Tiegel.....	49
1.2.2.4	Spülgas .....	52
1.2.2.5	Messprogramm.....	54
1.2.2.6	Auswertung .....	64
1.2.3	Beispiele aus der Praxis.....	70
1.2.3.1	Identifizierung von Kunststoffen.....	70
1.2.3.2	Kristallisationsgrad.....	74
1.2.3.3	Thermische und mechanische Vorgeschichte.....	75
1.2.3.4	Wasseraufnahme .....	84
1.2.3.5	Nukleierung.....	85
1.2.3.6	Alterung.....	87
1.2.3.7	Vernetzung von Thermoplasten.....	91
1.2.3.8	Mischungen, Blends und Verunreinigungen .....	93
1.2.3.9	Aushärtung von Duroplasten.....	102
1.2.3.10	Ergebnisse von Rundversuchen.....	108
1.2.3.11	Erstellung von TTT-Diagrammen .....	110
1.2.3.12	Beispiele zur Temperaturmodulierten DSC (TMDSC) .....	113
<b>1.3</b>	<b>Literatur .....</b>	<b>115</b>
<b>2</b>	<b>Oxidative Induktionszeit/-Temperatur - OIT .....</b>	<b>120</b>
<b>2.1</b>	<b>Grundlagen der OIT-Methode .....</b>	<b>120</b>
2.1.1	Einleitung .....	120
2.1.2	Messprinzip .....	122
2.1.3	Messablauf und Einflussfaktoren .....	123
2.1.4	Auswertung .....	124
2.1.4.1	Dynamisches Verfahren .....	124
2.1.4.2	Statisches Verfahren.....	125
2.1.4.3	Prüfbericht.....	126
2.1.5	Übersicht praktischer Anwendungen.....	126
<b>2.2</b>	<b>Praktische Vorgehensweise.....</b>	<b>127</b>
2.2.1	Das Wichtigste in Kürze.....	127
2.2.2	Einflussfaktoren und Fehler bei der Messung .....	128
2.2.2.1	Probenvorbereitung .....	128
2.2.2.2	Einwaagemenge.....	131
2.2.2.3	Tiegel.....	132
2.2.2.4	Spülgas .....	133

2.2.2.5	Messprogramm.....	134
2.2.2.6	Auswertung.....	138
2.2.3	Beispiele aus der Praxis .....	142
2.2.3.1	Vergleich der statischen und dynamischen Messmethode .....	142
2.2.3.2	Einfluss der Verarbeitungsparameter .....	143
2.2.3.3	Stabilisatorabbau durch Mehrfachverarbeitung .....	144
2.2.3.4	Stabilisatorabbau durch Medieneinfluss .....	146
2.2.3.5	Ergebnisse von Rundversuchen.....	147
<b>2.3</b>	<b>Literatur .....</b>	<b>148</b>
<b>3</b>	<b>Thermogravimetrie - TG.....</b>	<b>150</b>
<b>3.1</b>	<b>Grundlagen der Thermogravimetrie .....</b>	<b>150</b>
3.1.1	Einleitung.....	150
3.1.2	Messprinzip.....	150
3.1.3	Messablauf und Einflussfaktoren .....	151
3.1.4	Auswertung .....	152
3.1.4.1	Einstufige Massenänderung .....	152
3.1.4.2	Mehrstufige Massenänderung .....	154
3.1.4.3	Prüfbericht.....	157
3.1.5	Kalibrierung .....	157
3.1.5.1	Auftriebskorrektur.....	158
3.1.5.2	Kalibrierung der Masse .....	158
3.1.5.3	Temperaturkalibrierung.....	158
3.1.6	Übersicht praktischer Anwendungen .....	160
<b>3.2</b>	<b>Praktische Vorgehensweise.....</b>	<b>161</b>
3.2.1	Das Wichtigste in Kürze .....	161
3.2.2	Einflussfaktoren und Fehler bei der Messung .....	162
3.2.2.1	Probenvorbereitung.....	162
3.2.2.2	Einwaagemenge .....	164
3.2.2.3	Tiegel .....	166
3.2.2.4	Spülgas .....	166
3.2.2.5	Messprogramm.....	168
3.2.2.6	Auswertung.....	171
3.2.3	Beispiele aus der Praxis .....	172
3.2.3.1	Rußgehalt .....	172
3.2.3.2	Füllstoff Kreide/Talkum.....	174
3.2.3.3	Stabilisatorabbau .....	175
3.2.3.4	Mehrfachverarbeitung .....	176

3.2.3.5	Mehrstufige Zersetzung.....	177
3.2.3.6	Medieneinfluss .....	179
3.2.3.7	Abbau von POM.....	180
3.2.3.8	Ergebnisse von Rundversuchen.....	181
<b>3.3</b>	<b>Literatur .....</b>	<b>183</b>
<b>4</b>	<b>Thermomechanische Analyse - TMA.....</b>	<b>185</b>
<b>4.1</b>	<b>Grundlagen der Thermomechanischen Analyse.....</b>	<b>185</b>
4.1.1	Einleitung .....	185
4.1.2	Messprinzip .....	187
4.1.3	Messablauf und Einflussfaktoren .....	190
4.1.4	Auswertung .....	190
4.1.4.1	Längenausdehnungskoeffizient .....	190
4.1.4.2	Glasübergangstemperatur .....	192
4.1.4.3	Prüfbericht.....	193
4.1.5	Kalibrierung .....	194
4.1.5.1	Längenkalibrierung.....	195
4.1.5.2	Temperaturkalibrierung.....	195
4.1.6	Übersicht praktischer Anwendungen.....	195
<b>4.2</b>	<b>Praktische Vorgehensweise.....</b>	<b>197</b>
4.2.1	Das Wichtigste in Kürze.....	197
4.2.2	Einflussfaktoren und Fehler bei der Messung .....	198
4.2.2.1	Probenvorbereitung .....	198
4.2.2.2	Probengeometrie.....	201
4.2.2.3	Messstempel .....	202
4.2.2.4	Auflast .....	202
4.2.2.5	Temperaturprogramm.....	206
4.2.2.6	Auswertung .....	208
4.2.3	Beispiele aus der Praxis.....	209
4.2.3.1	Thermische und mechanische Vorgeschichte.....	209
4.2.3.2	Konditionierungseinfluss.....	213
4.2.3.3	Einfluss der Alterung.....	214
4.2.3.4	Härtung von Duroplasten, Nachhärtung .....	215
4.2.3.5	Einfluss von Füll- und Verstärkungsstoffen .....	217
4.2.3.6	Ausdehnungs- und Schrumpfverhalten von Fasern und Folien ...	220
4.2.3.7	Untersuchung des Verformungsverhaltens.....	221
<b>4.3</b>	<b>Literatur .....</b>	<b>222</b>

---

<b>5</b>	<b>pvT-(pressure-volume-Temperature) - Messung .....</b>	<b>224</b>
<b>5.1</b>	<b>Grundlagen des pvT-Messverfahrens .....</b>	<b>224</b>
5.1.1	Einleitung .....	224
5.1.2	Messprinzip .....	227
5.1.3	Messablauf und Einflussfaktoren .....	229
5.1.4	Auswertung .....	230
5.1.4.1	Allgemeine Größen aus pvT-Diagrammen .....	230
5.1.4.2	Prüfbericht .....	231
5.1.5	Kalibrierung .....	231
5.1.5.1	Volumenkalibrierung .....	231
5.1.5.2	Temperaturkalibrierung .....	232
5.1.6	Übersicht praktischer Anwendungen .....	232
<b>5.2</b>	<b>Praktische Vorgehensweise .....</b>	<b>234</b>
5.2.1	Das Wichtigste in Kürze .....	234
5.2.2	Einflussfaktoren und Fehler bei der Messung .....	236
5.2.2.1	Probenvorbereitung .....	236
5.2.2.2	Einwaagemenge .....	236
5.2.2.3	Dichtungen .....	236
5.2.2.4	Messprogramm .....	237
5.2.2.5	Auswertung .....	239
5.2.2.6	Vergleichbarkeit zu TMA-Untersuchungen .....	240
5.2.3	Beispiele aus der Praxis .....	241
5.2.3.1	Schwindung während der Abkühlung von Kunststoffen .....	241
5.2.3.2	Schwindung während der Aushärtung von UP-Harz .....	243
5.2.3.3	Einfluss von Füllstoffen auf die Schwindung .....	244
5.2.3.4	Schwindungsverhalten von Kunststoffmischungen .....	246
5.2.3.5	Zustandsverlauf beim Spritzgießen .....	247
5.2.3.6	Temperaturerhöhung bei adiabater Kompression der Schmelze .....	249
5.2.3.7	Temperaturerhöhung während der Aushärtung von UP-Harz .....	252
<b>5.3</b>	<b>Literatur .....</b>	<b>253</b>
<b>6</b>	<b>Dynamisch - Mechanische Analyse - DMA .....</b>	<b>255</b>
<b>6.1</b>	<b>Grundlagen der Dynamisch - Mechanischen Analyse .....</b>	<b>255</b>
6.1.1	Einleitung .....	255
6.1.2	Messprinzip .....	259

6.1.2.1	Freie Schwingung .....	259
6.1.2.2	Erzwungene Schwingung (nichtresonante Schwingung).....	260
6.1.3	Messablauf und Einflussfaktoren .....	262
6.1.4	Auswertung .....	263
6.1.4.1	Auswertungen des stufenförmigen Modulabfalls .....	264
6.1.4.2	Auswertungen von Kurvenmaxima .....	267
6.1.4.3	Prüfbericht .....	270
6.1.5	Kalibrierung .....	270
6.1.5.1	Temperaturkalibrierung.....	270
6.1.5.2	Modulkalibrierung.....	271
6.1.5.3	Gerätespezifische Kalibrierung .....	271
6.1.6	Übersicht praktischer Anwendungen.....	272
<b>6.2</b>	<b>Praktische Vorgehensweise .....</b>	<b>274</b>
6.2.1	Das Wichtigste in Kürze.....	274
6.2.2	Einflussfaktoren und Fehler bei der Messung .....	276
6.2.2.1	Belastungsart .....	276
6.2.2.2	Belastungshöhe/Deformation .....	278
6.2.2.3	Versuchsanordnung/Probengeometrie .....	279
6.2.2.4	Probenvorbereitung/Einspannung .....	287
6.2.2.5	Spülgas .....	290
6.2.2.6	Messprogramm.....	290
6.2.2.7	T <sub>g</sub> - Auswertung .....	294
6.2.3	Beispiele aus der Praxis.....	300
6.2.3.1	DMA - Kurven verschiedener Kunststoffe.....	300
6.2.3.2	Messungen an Polyamid.....	302
6.2.3.3	Konditionierung - Wassergehalt.....	304
6.2.3.4	Mischungen .....	306
6.2.3.5	Tempern .....	311
6.2.3.6	Härtung von Reaktionsharzen .....	312
6.2.3.7	Alterung.....	315
6.2.3.8	Einfluss durch Weichmacher.....	316
6.2.3.9	Temperaturverteilung bei faserverstärkten Kunststoffen.....	317
<b>6.3</b>	<b>Literatur .....</b>	<b>320</b>
<b>7</b>	<b>Mikro-Thermische Analyse - <math>\mu</math>TA<sup>TM</sup> .....</b>	<b>324</b>
<b>7.1</b>	<b>Grundlagen der Mikro-Thermischen Analyse .....</b>	<b>324</b>
7.1.1	Einleitung .....	324
7.1.2	Messprinzip .....	324

---

7.1.3	Messablauf und Einflussfaktoren .....	327
7.1.4	Auswertung .....	328
7.1.5	Kalibrierung .....	329
7.1.6	Übersicht praktischer Anwendungen .....	330
<b>7.2</b>	<b>Praktische Vorgehensweise.....</b>	<b>331</b>
7.2.1	Das Wichtigste in Kürze .....	331
7.2.2	Einflussfaktoren und Fehler bei der Messung .....	332
7.2.2.1	Probenvorbereitung .....	332
7.2.2.2	Erstellen der Oberflächenabbildung .....	333
7.2.2.3	Wahl der Messpunkte .....	334
7.2.2.4	Belastung .....	335
7.2.2.5	Temperaturprogramm .....	335
7.2.2.6	Auswertung .....	338
7.2.3	Beispiele aus der Praxis .....	338
7.2.3.1	Identifizierung von Kunststoffen .....	338
7.2.3.2	Randschicht einer PP-Probe .....	339
7.2.3.3	Rohr mit Mehrschichtaufbau .....	341
7.2.3.4	Anbindungsbereich einer 2-Komponenten-Probe .....	342
7.2.3.5	PA6 im Metallverbund .....	343
7.2.3.6	Nachweis der Alterung an der Oberfläche .....	344
<b>7.3</b>	<b>Literatur .....</b>	<b>346</b>
<b>8</b>	<b>Kurzübersicht wichtiger Kunststoffe .....</b>	<b>347</b>
<b>9</b>	<b>Stichwortverzeichnis .....</b>	<b>387</b>