

CARL HANSER VERLAG

Gottfried Wilhelm Ehrenstein, Gabriela Riedel, Pia Trawiel

Praxis der Thermischen Analyse von Kunststoffen

3-446-22340-1

www.hanser.de

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	VI
Inhaltsverzeichnis	VII
Normen zur Thermischen Analyse	XIV
Liste der verwendeten Abkürzungen und Formelzeichen	XVII
Abkürzungen der verwendeten Kunststoffe	XXIII
1 Dynamische Differenzkalorimetrie - DDK, DSC	1
1.1 Grundlagen der Dynamischen Differenzkalorimetrie	1
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
1.2 Praktische Vorgehensweise	36
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
1.3	Literatur	115
2	Oxidative Induktionszeit/-Temperatur - OIT	120
2.1	Grundlagen der OIT-Methode	120
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
2.2	Praktische Vorgehensweise.....	127
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
2.3	Literatur	148
3	Thermogravimetrie - TG.....	150
3.1	Grundlagen der Thermogravimetrie	150
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
3.2	Praktische Vorgehensweise.....	161
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
3.3	Literatur	183
4	Thermomechanische Analyse - TMA.....	185
4.1	Grundlagen der Thermomechanischen Analyse.....	185
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
4.2	Praktische Vorgehensweise.....	197
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
4.3	Literatur	222

5	pvT-(pressure-volume-Temperature) - Messung	224
5.1	Grundlagen des pvT-Messverfahrens	224
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
5.2	Praktische Vorgehensweise	234
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
5.3	Literatur	253
6	Dynamisch - Mechanische Analyse - DMA	255
6.1	Grundlagen der Dynamisch - Mechanischen Analyse	255
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
6.2	Praktische Vorgehensweise	274
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 _g - 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
6.3	Literatur	320
7	Mikro-Thermische Analyse - μTATM	324
7.1	Grundlagen der Mikro-Thermischen Analyse	324
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
7.2	Praktische Vorgehensweise	331
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
7.3	Literatur	346
8	Kurzübersicht wichtiger Kunststoffe	347
9	Stichwortverzeichnis	387