

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 Wärmeübergangs- koeffizient	20
2.1.1.1.2 Strahlungswärmeübertragung	21
2.1.1.1.3 Wärmeleitung und spez. Wärme- leitfähigkeit	21

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
	<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 – μTA™	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