



Thermische Analyse von Elastomeren Ein Überblick

*Dr. Rudolf Riesen, Mettler-Toledo GmbH, CH-8603 Schwerzenbach
rudolf.riesen@mt.com*

Zusammenfassung

Je nach Anforderungsbereich und Fragestellung unterscheidet man eine Vielzahl verschiedener Prüf- und Analysemethoden, die am Roh- bzw. Zwischenprodukt oder am Vulkanisat durchgeführt werden. Prüfungen an unvulkanisiertem Kautschuk dienen beispielsweise zur Charakterisierung des möglichen Verarbeitungsverhaltens. Dazu zählen die Bestimmung der Viskosität, der Löslichkeit, Klebrigkeit etc. Am Vulkanisat selber werden eine Vielzahl weiterer Untersuchungen durchgeführt. Es geht darum, die thermischen, mechanischen, chemischen oder elektrischen Eigenschaften zu charakterisieren. Auch die Frage nach quantitativen und qualitativen Bestimmungen von Kautschuken und Zusatzstoffen ist von Wichtigkeit. Im Folgenden wird die Anwendung von ausgewählten Methoden der Thermischen Analyse beschrieben und im Vortrag wurden erläuternde Beispiele gezeigt.

Thermischen Effekte

Bei der Beschreibung von Methoden der thermischen Analyse in der Elastomeranalytik wird vor allem die Dynamische Differenz Kalorimetrie (DSC), die Thermogravimetrische Analyse (TGA), die Thermomechanische Analyse (TMA) und die dynamisch mechanische Analyse (DMA) verwendet.

Mittels der **DSC** ist man in der Lage, physikalische Umwandlungen und chemische Reaktionen bezüglich ihrer Temperatur und die dabei umgesetzte Energie zu bestimmen. Daraus lassen sich Aussagen über die verwendeten Materialien, deren Konzentration und ihrer physikalischen Struktur gewinnen. So erlaubt z.B. die Analyse des Glasübergangs Aussagen über die Mischbarkeit von Polymerverschnitten, die Art der Polymere und es lassen sich Aussagen über den Füllstoff gewinnen. Auch das Kristallisations- und Schmelzverhalten der Polymere und der Additive kann untersucht werden. Die Untersuchungen der Vulkanisationsreaktion einer eventuellen Nachvulkanisation oder der thermischen Stabilität ist ebenfalls möglich. Weiterhin erlaubt diesen Methode eine Charakterisierung der Additive bezüglich Schmelzpunkt und Glasübergang.

Die **TGA** wird häufig genutzt, um die Zusammensetzung von Elastomeren und Elastomermischungen zu analysieren. So lassen sich relativ leicht der Weichmacher-, Polymer- und Russgehalt bestimmen. Ausserdem ist eine Analyse der verwendeten Russe bezüglich ihrer Akti

vität möglich. Aber auch der Gehalt an anorganischen Füllstoffen ist bestimmbar. Häufig lassen sich auch Aussagen darüber gewinnen, welche Polymere eingesetzt werden. Hier liefert insbesondere die Verbindung mit der Gasanalyse weiterführende Informationen. Die gekoppelte Gasanalyse (meist TGA-MS oder TGA-FTIR) erlaubt auch detailliertere Aussagen zu den verwendeten Weichmachern. Die Beständigkeit der Materialien in verschiedenen Atmosphären kann ebenfalls untersucht werden.

Das mechanische Verhalten kann mittels **TMA** untersucht werden. Eine häufig gemessene Grösse ist der Ausdehnungskoeffizient. Auch die Formstabilität nach einer mechanischen Beanspruchung lässt sich ermitteln. Temperaturen die den Einsatzbereich beschreiben, wie Erweichung, Zersetzung oder Versprödung können bestimmt werden. Weiterhin können Aussagen über den Elastizitätsmodul erhalten werden. Mit der TMA kann auch das Quellungsverhalten in verschiedenen Lösungsmitteln charakterisiert werden.

Gerade bei mechanischen Beanspruchungen spielt die Art und Weise der Anregung eine entscheidende Rolle. So ist es nicht egal in welcher Zeiteinheit oder Frequenz eine Beanspruchung erfolgt (als Stoss oder als langanhaltender Druck). Durch dynamisch mechanische Untersuchungen mittels **DMA** lassen sich Aussagen über die Unterschiede bei solchen Beanspruchungen erhalten. Man kann das Dämpfungsverhalten und z.B. den Elastizitätsmodul in einem grossen Frequenz- und Temperaturbereich bestimmen. Aussagen über die Wirkung von Füllstoffen können erhalten werden, wenn man das nichtlineare Verhalten untersucht. Da der mechanische Modul von den molekularen Bedingungen abhängt, lassen sich auch Aussagen über die eingesetzten Polymere, die Vernetzung und die Verträglichkeit von Polymermischungen und Additiven gewinnen. Natürlich gewinnt man auch aussage über die Grösse des Moduls und das Dämpfungsverhalten von Materialien.

Die untenstehende Tabelle gibt eine Übersicht über einige Effekte und Eigenschaften von Kautschuken und Elastomeren, die mittels Thermischer Analyse untersucht werden können. Die Methode ist entsprechend ihrer Bedeutung mit einem grossen oder kleinen Kreuz markiert.

Beispiele dazu sind in den beiden Heften "Collected Applications Thermal Analysis, ELASTOMERS, Volume 1 & 2" auf über 250 Seiten im Detail beschrieben (erhältlich bei ihrer METTLER TOLEDO Vertetung).

Fazit

Die Thermische Analyse stellt mit DSC, TGA, TMA und DMA schnelle und einfache Messtechniken zur Verfügung um die Elastomere auf ihr Temperaturverhalten zu Untersuchen. Dadurch werden viele physikalische, mechanische und chemische Eigenschaften bestimmt, die durch die Natur und Zusammensetzung der Materialien sowie die Verarbeitung beeinflusst werden.

	DSC	TGA	TMA	DMA
Glasumwandlung	X		x	X
Zusammensetzung	x	X		x
Thermische Stabilität/ Zersetzung	x	X		
Oxidationsstabilität	X	x		
Viskoelastische Verhalten			x	X
Elastizitätsmodul			x	X
Dämpfungsverhalten				X
Füllstoff-/ Russgehalt	x	X		
Füllstoffaktivität				X
Russaktivität		x		X
Verdunsten, Desorption, Verdampfen	x	X		
Erweichungsverhalten			X	x
Ausdehnung, Schrumpfen			X	
Quellung in Lösungsmittel			X	
Vulkanisation	X		x	x
Vulkanisationssystem	x	x		x
Schmelzen und Kristallisieren	X			x
Reaktionswärmen	X			
Charakterisierung von Additiven	X	x		