



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
WIEN  
Vienna | Austria



## Diplomarbeit

# Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Kunststoffen mittels DSC und Thermografie

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines  
Diplom-Ingenieurs (Dipl.-Ing. oder DI)

eingereicht an der TU Wien, Fakultät für Maschinenwesen und Betriebswissenschaften, von

**Moritz EDER, BSc**

Mat.Nr.: 01525977

unter der Leitung von

Senior Scientist Dipl.-Ing. Dr.techn. Thomas Koch

und mitbetreut von

Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Vasiliki-Maria Archodoulaki

Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie E308-02-1

Wien, Dezember 2021

### *Eidesstattliche Erklärung*

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen von mir selbstständig erstellt wurde. Alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, sind in dieser Arbeit genannt und aufgelistet. Die aus den Quellen wörtlich entnommenen Stellen, sind als solche kenntlich gemacht.

Das Thema dieser Arbeit wurde von mir bisher weder im In- noch Ausland einer Beurteilerin/einem Beurteiler zur Begutachtung in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt. Diese Arbeit stimmt mit der von den Begutachterinnen/Begutachtern beurteilten Arbeit überein.

Ich nehme zur Kenntnis, dass die vorgelegte Arbeit mit geeigneten und dem derzeitigen Stand der Technik entsprechenden Mitteln (Plagiat-Erkennungssoftware) elektronisch-technisch überprüft wird. Dies stellt einerseits sicher, dass bei der Erstellung der vorgelegten Arbeit die hohen Qualitätsvorgaben im Rahmen der geltenden Regeln zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis „Code of Conduct“ an der TU Wien eingehalten wurden. Zum anderen werden durch einen Abgleich mit anderen studentischen Abschlussarbeiten Verletzungen meines persönlichen Urheberrechts vermieden.

Wien, Dez. 2021

---

*Unterschrift*

# Danksagung

Mein Dank gilt meinem Betreuer Thomas Koch für seine tatkräftige Unterstützung, seine durchgängige Verfügbarkeit für Fragen und sein scheinbar unendlichen Wissen über Kunststoffe. Außerdem dafür, dass sich die Arbeit als perfekte Mischung aus selbstständigem Erarbeiten meinerseits und einem leitenden Faden in die richtige Richtung seinerseits zusammengesetzt hat.

An dieser Stelle möchte ich mich auch bei meinen KollegInnen für den ständigen fachlichen Austausch und die gegenseitigen Hilfestellungen bedanken. Hierbei möchte ich besonders die Dissertantinnen Martina Seier und Julia Roitner erwähnen, die ihre praktische und theoretische Erfahrung gerne zu meinen Gunsten geteilt haben. Mein Dank gilt ebenfalls Gerhard Kern und Stefan Zellhofer, die immer eine Lösung im Kampf mit den Eigenheiten des einen oder anderen Messgerätes parat hatten.

Außerdem möchte ich mich bei meiner Mutter, dem Österreichischen Forschungsinstitut sowie dem Polymer Competence Center Leoben für das Ermöglichen der externen Referenzmessungen bedanken, die für die Beantwortung der Fragestellung meiner Arbeit essenziell waren.

Nicht vergessen zu erwähnen sind meine gesamte Familie, meine Freundin und meine StudienkollegInnen, die meinen Studienweg die letzten Jahre durch alles was sie getan haben mehr als nur erleichtert, verschönert und beschleunigt haben.

# Zusammenfassung

Wir leben in einer Zeit, in der die Forschung im Bereich der Kunststofftechnik und des Recyclings einen hohen Stellenwert besitzt. Somit werden ständig neuartige Kunststoffe und Mischungen kreiert. Um diese für einen industriellen Einsatz zu charakterisieren, müssen sie auf ihre mechanischen, elektrischen, aber auch thermischen Eigenschaften untersucht werden. Eine der wichtigsten thermischen Eigenschaften ist die Wärmeleitfähigkeit, die bei Kunststoffen niedrige Werte aufweist, aber für die Ermittlung thermischer Anwendungen so genau wie möglich ermittelt werden muss.

Die etablierten Messgeräte für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Kunststoffen sind häufig nur auf die Bestimmung dieser einen Größe spezifiziert und auf dem Institut für Werkstofftechnologie der Technischen Universität in Wien nicht vorhanden. Außerdem gehen sie oft mit hohen Gerätekosten, sehr spezifischen Anforderungen an die Probekörpergeometrie sowie einer langen Dauer des Messvorganges einher. Das Ziel der Arbeit ist, das Bestimmen der Wärmeleitfähigkeiten von ausgewählten Polymeren mittels alternativer Bestimmungsmethoden hinsichtlich des engen formelbezogenen Zusammenhangs thermischer Kenngrößen durchzuführen und diese mit Referenzmessungen einer darauf ausgelegten Laser Flash Analyse zu vergleichen.

Die dynamische Differenzkalorimetrie wurde mit linearem und moduliertem Verlauf nach Normvorlage, angepasst an das zur Verfügung stehende Messgerät, durchgeführt. Dafür wurden Polystyrol, Polyamid 6 bei verschiedenen Wassergehalten, Polypropylen, Polyethylen bei verschiedenen Dichten, sowie ein kohlefaserverstärkter Verbundwerkstoff bei verschiedenen Faserorientierungen allesamt mittels DSC bei abweichenden Probekörpergeometrien gemessen. Die thermografische Messmethode basiert auf dem Detektieren der Temperatur an der Oberseite von Probekörpern und Referenzmaterialien bekannter Wärmeleitfähigkeit, die auf einem Mikroskopheiztisch dem gleichen Temperaturprogramm unterzogen werden. Ausgehend von den gemessenen Zeitintervallen, in denen eine festgelegte Temperaturdifferenz eingetreten ist, lässt sich so durch Interpolation auf die unbekannte Wärmeleitfähigkeit des Probekörpers schließen.

Die vielversprechendsten Ergebnisse liefert hierbei die DSC, die in Anbetracht der Referenzwerte nur geringfügig abweichende aber konsistent geringere Wärmeleitfähigkeiten ergibt. Die Einflüsse der Faserorientierung, der Dichte und des Wassergehalts lassen sich reproduzierbar feststellen. Die MDSC besitzt zwar höhere Abweichungen der Einzelergebnisse aber im Mittel ähnlich korrekte Ergebnisse wie die lineare Variante. Für die thermografische Bestimmung wird ein solider Grundstein für weitere Messversuche gelegt, der durch geringe Veränderungen der Messaufbaus sowie eine höhere Anzahl an Referenzmaterialien als eine schnelle und reproduzierbare Möglichkeit zur Bestimmung von Richtwerten neuer Probekörper dienen kann.

# Abstract

We live in a time in which research in the field of plastics technology and recycling is very relevant and important. Thus, new types of plastics and plastic mixtures are being created constantly. In order to characterize them for industrial use, they have to be examined on their mechanical, electrical and thermal properties. One of the most important thermal properties is the thermal conductivity, which has low values for plastics, but must be determined as precisely as possible to be used in thermal applications.

The established measuring devices for the determination of thermal conductivity of plastics are often only specified for determining this one variable and are not available at the institute of material technology of the Technical University in Vienna. In addition, they are often associated with high device costs, very specific requirements on the sample geometry and a long duration of the measurement process. This thesis aims to determine the thermal conductivities of selected polymers by means of alternative determination methods in regard to the close connection between thermal parameters and compare them with reference measurements of a laser flash analysis.

The dynamic differential calorimetry was carried out with a linear and a modulated program according to the norm with slight adjustments to the available measuring device. For this purpose, polystyrene, polyamide 6 with different water contents, polypropylene, polyethylene with different densities, as well as a carbon fiber reinforced composite material with different fiber orientations were all measured by DSC with deviating specimen geometries.

The thermographic measurement method is based on the detection of the temperature at the top of test specimens and reference samples of known thermal conductivity, which are exposed to the same temperature program on a microscope heating table. Based on the measured time intervals in which a defined temperature difference has occurred, the thermal conductivity of the unknown sample can be determined by interpolation.

The most promising results are provided by the DSC that, in comparison with the reference values, show only slightly deviating but consistently lower thermal conductivities. The influences of the fiber orientation, the density and the water content can be determined reproducibly. Although the MDSC has higher deviations in the individual results, it delivers on average similarly correct results as the linear variant. When it comes to thermographic determination, a solid foundation is built for further measurement experiments, which can serve as a quick and reproducible way of determining guide values for new test specimens by making minor changes to the measurement setup and adding a higher number of reference materials.

# Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung.....	8
1.1.	Wärmeleitfähigkeit.....	8
1.1.1.	Werkstoffklassen - Ashbyplot.....	9
1.1.2.	Wärmeleitfähigkeit Einflussfaktoren.....	12
1.1.3.	Wärmeleitfähigkeit in der Kunststoffindustrie.....	14
1.1.4.	Compounds.....	15
1.2.	Messverfahren.....	17
1.2.1.	Laser Flash Analyse.....	17
1.2.2.	Guarded Hot Plate.....	18
1.2.3.	Hot-Disk-Verfahren.....	19
1.2.4.	Heat-Flow-Meter.....	19
1.2.5.	Dynamische Differenzkalorimetrie.....	19
1.2.6.	Modulierte DSC.....	21
1.2.7.	Thermografie.....	22
1.2.8.	Vergleich der Messmethoden.....	24
1.3.	Getestete Materialien.....	25
1.3.1.	Literaturwerte der Wärmeleitfähigkeiten.....	25
1.3.2.	Polystyrol - PS.....	26
1.3.3.	Polypropylen - PP.....	26
1.3.4.	Polyethylen - PE.....	27
1.3.5.	Polyamid PA6.....	28
1.3.6.	Kohlefaserverstärkter Kunststoff - CFK.....	28
2.	Materialien und Methoden.....	31
2.1.	Gerätbezeichnungen und Hersteller.....	31
2.2.	Werkstoffbezeichnungen und Hersteller.....	31
2.3.	Plattenpressen.....	32
2.4.	Referenzmessungen - Laser Flash Analyse.....	34
2.5.	DSC.....	36
2.5.1.	DSC Probekörpervorbereitung.....	36
2.5.2.	DSC Kalibrierung.....	37
2.5.3.	DSC Referenzkurven.....	37
2.5.4.	DSC Versuchsdurchführung.....	38
2.6.	MDSC.....	40
2.6.1.	MDSC Probekörpervorbereitung.....	40

2.6.2.	MDSC Kalibrierung.....	40
2.6.3.	MDSC Versuchsdurchführung .....	40
2.7.	Thermografie .....	42
3.	Ergebnisse und Diskussion .....	45
3.1.	Referenzwerte – Laser Flash Analyse .....	45
3.2.	DSC.....	47
3.2.1.	Einflussfaktoren.....	49
3.2.1.1.	Geometrie.....	49
3.2.1.2.	Dichte .....	51
3.2.1.3.	Wassergehalt.....	53
3.2.1.4.	Faserorientierung .....	54
3.2.2.	Wiederholbarkeit .....	55
3.2.2.1.	Probekörperauflage.....	55
3.2.2.2.	Tiegelausrichtung .....	56
3.2.2.3.	Kristallisationskurven .....	57
3.2.3.	Einflussfaktoren in Berechnungsformel .....	58
3.3.	MDSC.....	60
3.4.	Thermografie.....	63
4.	Ausblick.....	68
5.	Abkürzungen und Symbole.....	71
6.	Anhang.....	72
6.1.	Plattenpressparameter.....	72
6.2.	Laser Flash Analyse.....	73
6.3.	DSC.....	74
6.4.	MDSC.....	80
6.5.	Thermografie.....	81
6.6.	Messanleitung DSC.....	84
6.7.	Messanleitung MDSC .....	85
7.	Tabellenverzeichnis .....	86
8.	Abbildungsverzeichnis.....	87
9.	Literaturverzeichnis.....	88

# 1. Einleitung

Getrieben durch den Klimawandel und die Ressourcenknappheit wird ein Umdenken in der Herstellung und Verarbeitung von Kunststoffen hervorgerufen. Gesetzlich vorgeschriebene Anteile an recyceltem Material und Herstellungen mit geringerem CO<sub>2</sub>-Fußabdruck bringen neue Herstellungsmethoden und Kunststoffmischungen mit sich. Diese Vielzahl an neuartigen Endprodukten müssen ausgiebige Werkstoffprüfungen durchlaufen um auf ihre mechanischen, elektrischen sowie thermischen Eigenschaften untersucht werden zu können bevor sie zur Anwendung gelangen. Erst nach einer vollständigen Charakterisierung der Eigenschaften lassen sich Anwendungsbereiche und Belastungsgrenzen festlegen, sowie thermische Simulationen durchführen.

Als eine der wichtigsten thermischen Kenngrößen um eine vollständige thermische Auslegung einer neuartigen Anwendung durchzuführen, lässt sich neben dem Wärmeausdehnungskoeffizienten und der Wärmekapazität, die Wärmeleitfähigkeit nennen.

## 1.1. Wärmeleitfähigkeit

Der zweite thermodynamische Hauptsatz in Form von Clausius besagt, dass Wärmeübertragung freiwillig nur vom Körper höherer Temperatur auf den Körper niedrigerer Temperatur geschieht [1]. Dieser Wärmetransport kann über drei verschiedene physikalische Vorgänge geschehen: Wärmestrahlung, Konvektion und Wärmeleitung. Während Wärmestrahlung den Transport über elektromagnetische Wellen und Konvektion die mit der Strömung eines Mediums mitgeführte Wärme beschreibt, beschäftigt sich Wärmeleitung mit dem Transport in und zwischen in Kontakt stehenden Stoffen [2].

Die thermische Stoffeigenschaft der Wärmeleitfähigkeit ( $\lambda$ ) beschreibt die Wärmeleitung. Sie wird als der durch Wärmeleitung übergehende Wärmestrom bei einer Temperaturänderung von einem Kelvin durch ein kubisches Volumen mit  $V = 1\text{m}^3$  eines Stoffes definiert. Aus dieser Definition lässt sich somit die Einheit von  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  herleiten und das Fourier'sche Gesetz (1) definieren [2].

$$\dot{q} = -\lambda \cdot \frac{\Delta T}{\Delta x} = \frac{\dot{Q}}{A} \quad (1)$$

Mit A...Fläche,  $\Delta T/\Delta x$  ...Temperaturänderung über den Weg,  $\dot{q}$ ...Wärmestromdichte

Wie die meisten thermischen Stoffgrößen steht die Wärmeleitfähigkeit in einem engen formelbezogenen Zusammenhang mit anderen thermischen Größen. Nicht zu verwechseln ist diese mit der Temperaturleitfähigkeit ( $a$ ), die sich im Gegensatz zur Wärmeleitfähigkeit mit der Ausbreitung eines Temperaturanstieges in einem Stoff beschäftigt und somit im Gegensatz zur Wärmeleitfähigkeit



das instationäre Verhalten der Wärmeleitung beschreibt. Über die Dichte ( $\rho$ ) und die spezifische Wärmekapazität ( $c_p$ ) lassen sich die beiden nach Gleichung (2) ineinander umformen.

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \quad (2)$$

Wobei die spezifische Wärmekapazität als Verhältnis von zugeführter Wärme pro Temperaturerhöhung und Masse definiert ist und damit die Fähigkeit eines Stoffes Wärme zu speichern wiedergibt. Da die spezifische Wärmekapazität eine auf die Masse bezogene Größe ist und die Wärmeleitfähigkeit sich auf das Volumen bezieht, wird die Dichte in der Umrechnung benötigt. Somit ergibt die formelbezogene Kombination der Fähigkeiten eines Stoffes Wärme zu leiten und zu speichern in der Folge die Beschreibung der Ausbreitung von Wärme über diesen Stoff [2].

Ebenfalls lässt sich der thermische Widerstand ( $R_s$ ) eines Stoffes formulieren, bei dem, im Gegensatz zur Wärmeleitfähigkeit, die Temperaturdifferenz als Kenngröße genommen wird und bei Zufuhr eines definierten Wärmestromes bestimmt wird. Vergleichbar ist dieser mit dem elektrischen Widerstand, wobei die Triebkraft im Zähler des Bruches eine Temperaturdifferenz anstatt einer Potentialdifferenz und der Nenner einen Wärme-, und keinen Stromfluss wiedergibt. Somit ist der thermische Widerstand der an die Probekörpergeometrie angepasste Kehrwert der Wärmeleitfähigkeit [3].

$$R_s = \frac{\Delta T}{\dot{Q}} = \frac{h}{\lambda \cdot A} \quad (3)$$

Mit h...Höhe

Andere bekannte thermische Stoffgrößen wie der Wärmeübergangskoeffizient oder der Wärmedurchgangskoeffizient sind für die Charakterisierung des Wärmeübergangs relevant und spielen bei der Wärmeleitung eine untergeordnete Rolle. Somit werden sie in folgenden Versuchen und Berechnungen genauso wie die Vorgänge der Konvektion und Wärmestrahlung nicht miteinbezogen.

### 1.1.1. Werkstoffklassen - Ashbyplot

Durch die unterschiedliche mikroskopische und makroskopische Beschaffenheit verschiedener Werkstoffe unterscheiden sich Materialien in ihren thermischen Stoffgrößen stark voneinander. Auch wenn die Wärmeleitfähigkeit innerhalb verschiedener Werkstoffklassen signifikant abweicht, lassen sich Richtwerte formulieren, die die Unterschiede von Klasse zu Klasse in einem "Ashbyplot" in Abbildung 1 darstellen.

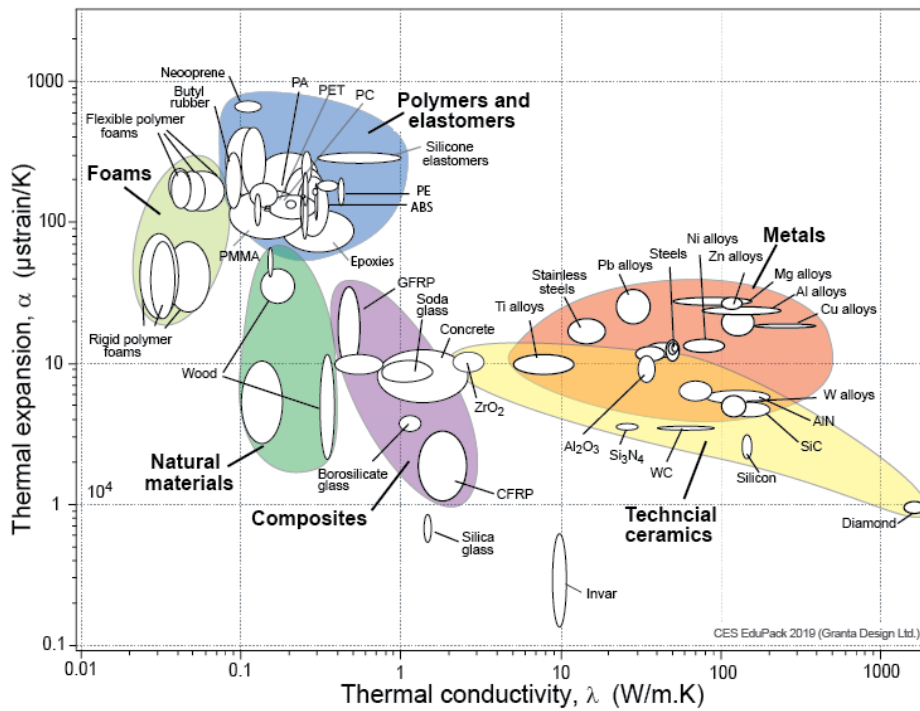


Abbildung 1: Thermischen Ausdehnungskoeffizienten über die Wärmeleitfähigkeit [4]

Betrachtet man den Ashbyplot als eindimensionales Diagramm und vernachlässigt die Wärmeausdehnungskoeffizienten auf der x-Achse, zeigen sich auf der logarithmierten y-Achse die erwähnten auf die Werkstoffklassen bezogenen Unterschiede. Während Metalle mit einem Spektrum von Bismut mit  $10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  bis hin zu Silber mit  $429 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  [5] vergleichsweise hohe Werte liefern, befinden sich die Wärmeleitfähigkeiten von Keramiken in einem noch breiteren Spektrum, das beispielsweise Zirkoniumoxid mit  $3 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  und Diamant, der nach Definition von H.W. Henricke auch als Keramik eingeordnet werden kann, mit  $3500 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  beinhaltet [6]. Die Wärmeleitfähigkeiten von Kunststoffen liegen hauptsächlich in einem Bereich von  $0,1-1 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  und damit bedeutend geringer und wertmäßig bedeutend enger beieinander. Auch natürliche Rohstoffe wie Holz weisen nur eine sehr niedrige Wärmeleitfähigkeit auf.

Diese unterschiedlichen Werte lassen sich auf Teilchenebene auf die Struktur, die Kristallinität sowie die Bindungsarten und Bindungsstärken der einzelnen Komponenten zurückführen, da Wärmeleitung mit molekularen Teilchenbewegungen und Wechselwirkungen verbunden ist. Sowohl Gitterschwingungen, als auch die Beweglichkeiten von freien Valenzelektronen haben einen Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit eines Stoffes und setzen sich additiv zusammen [2].

Eine gute Wärmeleitfähigkeit geht, vor allem bei Metallen, häufig mit einer guten elektrischen Leitfähigkeit ( $\sigma$ ) einher. Diese ist auf den Wärmetransport von freien Elektronen zurückzuführen und

kann über das Wiedemann-Franz-Gesetz (4) beschrieben werden. Es besagt, dass das Verhältnis der beiden Leitfähigkeiten über die Lorenz-Konstante ( $L$ ) und die Temperatur ( $T$ ) festgelegt ist.

$$\frac{\lambda}{\sigma} = L \cdot T \quad (4)$$

Dieses Gesetz findet vor allem bei höheren Temperaturen Anwendung, da die Teilchenbewegungen größer sind und damit sowohl der elektrische als auch der thermische Fluss verbessert werden [7].

Durch die sehr geringen elektrischen Leitfähigkeiten und den damit verbundenen isolatorischen Eigenschaften werden die elektrischen Eigenschaften von Polymeren nicht durch die elektrische Leitfähigkeit sondern durch den Oberflächenwiderstand sowie den Durchgangswiderstand charakterisiert. Die Werte sämtlicher verwendeter Materialien liegen bei einem Oberflächenwiderstand von  $10^{12}$ - $10^{14} \Omega$  [8] und einem spezifischen Durchgangswiderstand von  $10^{14}$ - $10^{17} \Omega \cdot m$  [8] in einem sehr ähnlichen Bereich. Der Einfluss der elektrischen Leitfähigkeit für die Wärmeleitfähigkeit der betrachteten Kunststoffe ist nicht sehr hoch und spielt in der Kunststofftechnik zumeist nur bei Verbundwerkstoffen eine Rolle. Aber es lassen sich schon höhere elektrische Widerstände bei Kunststoffen niedrigerer Wärmeleitfähigkeit PS ( $>10^{14} \Omega$ ) und PP ( $10^{14} \Omega$ ) im Vergleich zu welchen mit geringeren Widerständen wie PE-HD ( $10^{13} \Omega$ ) und PA6 ( $10^{12} \Omega$ ) [8] beobachten. Es kann also ein Einfluss des Widerstandes auf die Wärmeleitfähigkeit festgestellt werden, der aber nicht als linear darzustellen ist, da er nur einen kleinen Anteil der Wärmeleitfähigkeit deckt.

Neben dem Anteil der Wärmeleitung, der mit der elektrischen Leitung zusammenhängt, kann Wärme auch über Gitterschwingungen (Phononen genannt) geleitet werden. Somit sind nicht gezwungenermaßen freie Elektronen und deren Bewegungen Voraussetzung für eine gute Wärmeleitfähigkeit, sondern auch durch das Vorhandensein von Atomen und Ionen und deren Schwingungen können sehr hohe Wärmeleitfähigkeiten wie beispielsweise bei Diamant erreicht werden [6].

Diese Phononen sind Schwingungsbewegungen, wobei diese Schwingungen ohne absolute Bewegung zur Ausgangsposition einhergehen, da Wärmeleitung ohne Materialtransport erfolgt. Diese Schwingungen breiten sich aus, solange sie nicht mit einem durch Verunreinigungen, Fehlstellen oder amorphe Phasen hervorgerufenen Kristallfehler kollidieren, wodurch die Ausbreitung der Schwingungsbewegungen und damit die Wärmeleitung gestört wird [9].

Anhäufungen von Verunreinigungen sowie Fehlstellen können die Wärmeleitfähigkeit eines kristallinen Stoffes lokal senken und im Gegenschluss können die höchsten Wärmeleitfähigkeiten bei idealen Kristallstrukturen erzielt werden. Somit können Keramiken mit starken Bindungen und leichten Elementen wie AlN trotz elektrisch isolierenden Eigenschaften gute Wärmeleitfähigkeiten erreichen

[6]. Dieses Phänomen ist auch für die Wärmeleitfähigkeit von Kunststoffen ausschlaggebend, wobei die endgültige Höhe von etlichen anderen Faktoren beeinflusst wird.

### 1.1.2. Wärmeleitfähigkeit Einflussfaktoren

Kunststoffe lassen sich in Bezug auf ihre Struktur in zwei Kategorien einteilen, in ihre ungeordnete amorphe Phase und ihre geordnete regelmäßige kristalline Phase. Liegen beide Phasen in ein und demselben Polymer vor, spricht man von Teilkristallinität. Nachdem bei Kunststoffen die Wärmeleitung über Gitterschwingungen überwiegt, lässt sich die Wärmeleitfähigkeit zumeist in Zusammenhang mit der Kristallinität setzen. So weist ein amorphes Polymer wie Polystyrol oder Polyvinylchlorid einen geringeren Wert als ein teilkristallines Polypropylen auf. Ebenfalls spielt die Dichte hier eine entscheidende Rolle. Je höher die Dichte eines Kunststoffes ist, desto geringer ist der Teilchenabstand in der Kristallstruktur und höher die Wärmeleitung über Gitterschwingungen. Am Beispiel des Polyethylens lässt sich dieser Dichtezusammenhang sehr gut beobachten, da  $\lambda_{PE-LD} < \lambda_{PE-MD} < \lambda_{PE-HD}$  ist [10].

Die Wärmeleitfähigkeit eines Stoffes lässt sich aber nicht rein nach dem Werkstoff festlegen, sondern hat je nach Material eine unterschiedlich hohe Temperaturabhängigkeit. Während in Abbildung 2 zu sehen ist, dass die Wärmeleitfähigkeit von amorphen Kunststoffen wie Polystyrol oder Polycarbonat kaum einen Zusammenhang mit der Temperatur zeigt, sinkt sie mit steigenden Temperaturen bei den meisten zumindest teilkristallinen Kunststoffen. Dies ist auf die in kristallinen Phasen vorhandenen Gitterschwingungen und die Erhöhung der Geschwindigkeiten dieser durch höhere Temperaturen zurückzuführen. Auch Phasenumwandlungen, wie zum Beispiel das Schmelzen, spielen dabei eine entscheidende Rolle und sind für die starken Abfälle der Kurven von Polyamid 6 bei  $T \sim 210^\circ\text{C}$ , von Polypropylen bei  $T = 160^\circ\text{C}$  und bei Polyethylen-HD bei  $T = 130^\circ\text{C}$  verantwortlich, da durch die Erhöhung des Abstandes zwischen den Teilchen der flüssigen Phasen, die Wärmeleitfähigkeit sinkt [11].

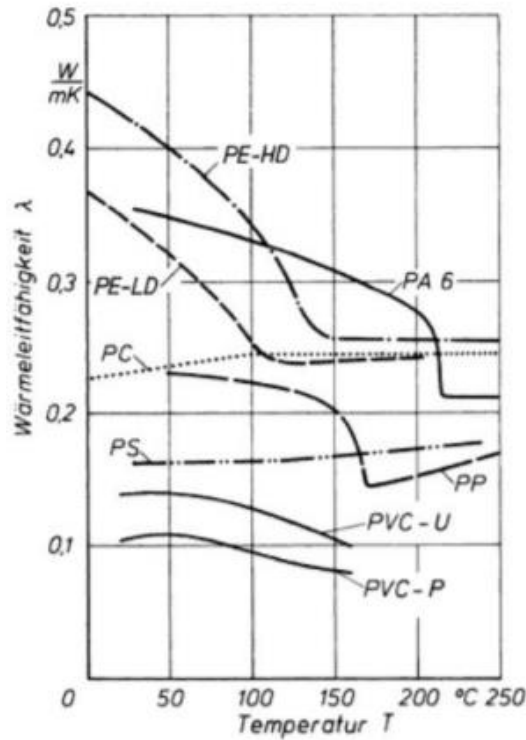


Abbildung 2: Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von Kunststoffen [12]

Abbildung 3 fasst die Dichteabhängigkeit sowie die Temperaturabhängigkeit am Beispiel von Polyethylen zusammen und zeigt, dass im Falle eines Überschreitens der Schmelztemperatur der Wärmeleitfähigkeitsunterschied, einhergehend mit dem Dichteunterschied, annähernd vollständig verloren geht.

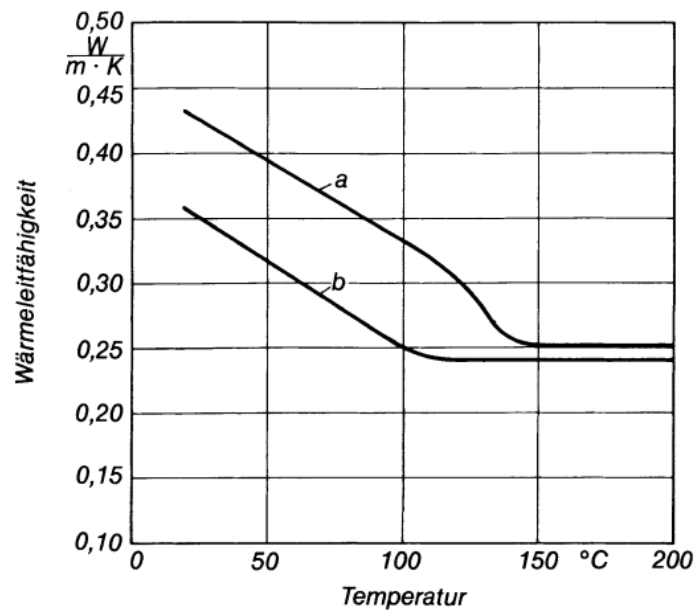


Abbildung 3: Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von (a) PE-HD und (b) PE-LD [10]

Führt man diese Überlegung weiter auf Phasenumwandlungen in die gasförmige Phase, ist dort die Wärmeleitfähigkeit im Vergleich zu der festen und flüssigen Phase am geringsten. Die mittlere freie Weglänge zwischen den einzelnen Teilchen ist hier so groß, dass die Wärmeleitung über zwei benachbarte Teilchen sehr gering ausfällt. Luft beispielsweise besitzt bei Raumtemperatur eine Wärmeleitfähigkeit von  $\lambda = 0,026 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  [5] und die Höhe der Leitfähigkeit von Gasen hängt von der Größe und dem Gewicht der Teilchen sowie der Temperatur ab. So weist Luft bei  $T = -150^\circ\text{C}$  mit  $\lambda = 0,011 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  weniger als die Hälfte als bei Raumtemperatur auf. Sie tendiert für große, schwere Teilchen zu den geringsten Werten wie beispielsweise Xenon mit  $\lambda = 0,0051 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  [5]. Niedrigere Temperaturen gehen mit geringerer Teilchenbewegung und somit niedrigeren Wärmeleitfähigkeiten einher.

### 1.1.3. Wärmeleitfähigkeit in der Kunststoffindustrie

Kunststoffe weisen im Bereich der Feststoffe die geringsten Werte für die Wärmeleitfähigkeit auf und finden somit in auf guter Wärmeleitung basierenden Teilen wie Heizaggregate, Temperatursensoren oder Kochtöpfen nur geringfügig Anwendung. Allerdings ist nicht immer eine hohe Wärmeleitfähigkeit in technischen Anwendungen bevorzugt und es gibt auch eine Vielzahl an Bereichen, in denen Kunststoffe gerade wegen ihrer geringen Wärmeleitfähigkeiten Anwendung finden.

Ein knappes Viertel aller Kunststoffanwendungen sind auf den Einsatzbereich „Bau“ zurückzuführen und umfassen in diesem Bereich neben Dichtungen und Kabelisolierungen hauptsächlich den Einsatz als Dämmmaterialien, was nach dem Einsatz als Verpackungsmaterialien den zweitgrößten Sektor ausmacht [13]. Die meisten dieser Dämmstoffe sind geschäumte Polystyrole oder Polyurethane. Während Polystyrol mit einer Wärmeleitfähigkeit von  $\lambda = 0,17 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  für diesen Anwendungsbereich noch zu hoch wäre, liefert seine expandierte Form EPS, auch „Styropor“ genannt, eine Wärmeleitfähigkeit von  $\lambda = 0,035 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  und macht sich durch den geschäumten Zustand die geringe Wärmeleitfähigkeit von Luft in den Poren zu Nutze [14].

Damit nimmt EPS nach Mineralwolle den zweitgrößten Anteil der Dämmstoffe ein und macht zusammen mit PUR-Hartschaum und extrudiertem Hartschaum Polystyrol (XPS) etwa ein Drittel der gesamten Dämmstoffe aus. In Abbildung 4 ist die Wärmeleitfähigkeit der unterschiedlichen Dämmstoffe dargestellt und zeigt die Polymerschäume im wertmäßigen Mittelfeld im Vergleich zu ihren Konkurrenten [14].

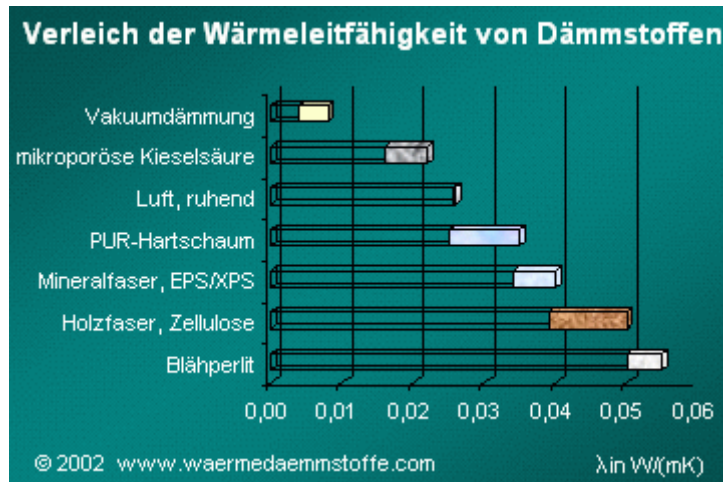


Abbildung 4: Vergleich der Wärmeleitfähigkeit von Dämmstoffen [14]

Auch wenn diverse andere Anwendungen wie Dichtungen, Isolierungen und Rohren nicht primär auf ihre geringe Wärmeleitfähigkeit ausgelegt sind, ist sie in diesen Anwendungen von Vorteil, da Wärmeverluste an ihnen minimiert werden können.

#### 1.1.4. Compounds

Die Eigenschaften eines Kunststoffes lassen sich allerdings je nach Anwendung durch das Erzeugen von Verbundwerkstoffen (Compounds) anpassen und so beispielsweise Kunststoffe höherer Wärmeleitfähigkeit erzielen. Hierbei werden den Kunststoffen gewisse Zuschlagstoffe beigemischt um ausgewählte gewünschte mechanische sowie thermische Eigenschaften oder Verarbeitungseigenschaften zu optimieren. Durch die guten adhäsiven Fähigkeiten einer Vielzahl an Kunststoffen nehmen sie die beigemischten Substanzen in ihre Polymermatrix auf. Ist das Ziel des Compounds die mechanischen Fertigkeiten des Werkstoffes zu verbessern, werden meist Füllstoffe zugeführt. Füllstoffe unterscheiden sich von der zweiten Unterteilung der Zuschlagstoffe, den Additiven, in ihrer zugeführten Menge, Löslichkeit und Teilchengröße [15].

Im Falle des Kunststoffes bewirkt ein Zugeben eines Füllstoffes durch die niedrige Wärmeleitfähigkeit der Kunststoffe so gut wie immer eine Steigerung dieser. Je nach der Wärmeleitfähigkeit des Füllstoffes, der Menge und der Art der Zugabe, ob als Faser oder als Pulver, lassen sich so die thermischen Eigenschaften auf gewünschte Werte anpassen. Ausschlaggebend für die Höhe der Änderung ist der Füllgrad, der den Anteil des Füllstoffes in der Kunststoffmatrix beschreibt.

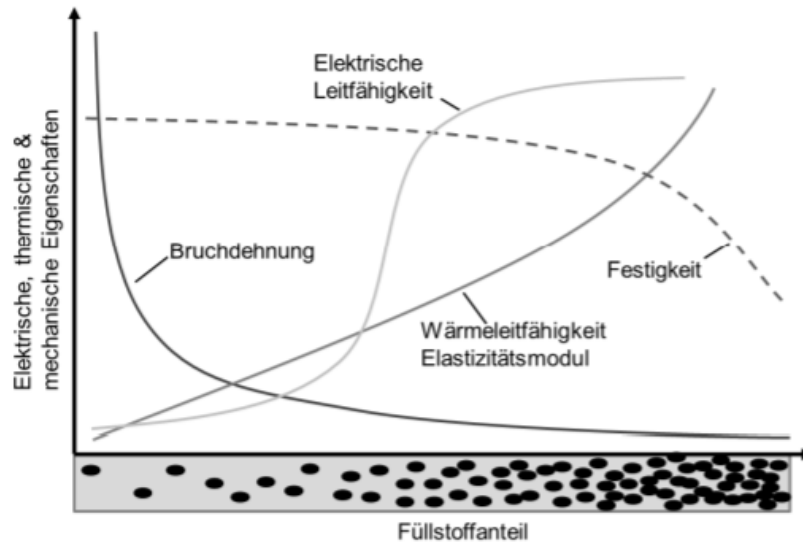


Abbildung 5: Abhängig der Compoundeigenschaften vom Füllgrad [16]

Wie in Abbildung 5 zu sehen ist, ist es allerdings nicht möglich, Eigenschaften wie Bruchdehnung, elektrische Leitfähigkeit oder Wärmeleitfähigkeit additiv aus ihren Anteilen zusammensetzen. Dies ist auf die Perkolationsstheorie zurückzuführen, die auf die Materialtechnologie angewandt besagt, dass das Zufügen einer geringen Menge eines Füllstoffes in eine Polymermatrix an den Eigenschaften kaum etwas verändert, da die Verteilung der Füllstoffteilchen mit großen Abständen passiert. Damit stehen die Füllstoffpartikel nicht in direktem Kontakt miteinander und Schwingungen, die höhere Leitfähigkeit hervorrufen, werden blockiert und von niedrigeren Leitfähigkeiten der Polymermatrix unterbrochen. Wird der Füllstoffgehalt erhöht, nähert man sich der Perkolationschwelle die einen Füllgrad beschreibt, ab welchem ein Füllstoff in einer genügenden Menge vorhanden ist, um die Schwingungen wie in seinem Reinstoff durch den gesamten Werkstoff auszubreiten. Meist wird die Perkolationsstheorie in der Materialtechnologie für die elektrische Leitfähigkeit angewandt, aber durch das ähnliche Prinzip der Schwingungsbewegungen der Phononen findet sie auch hier eine Anwendung [17].

Additive werden im Gegensatz zu Füllstoffen nur in sehr geringen Mengen von meist <1% eingesetzt, um eine bestimmte Eigenschaft des Compounds zu verbessern. Darunter fallen Weichmacher, Antistatika, aber auch Stoffe für die Wärmeleitfähigkeitssteigerung, die beigemischt werden können. Häufig wird die Wärmeleitfähigkeit auch von Additiven beeinflusst, die nicht primär für die Wärmeleitfähigkeitserhöhung eingesetzt werden, und muss somit für die thermische Auslegung nach der Zugabe erneut bestimmt werden [15].

Besitzen Kunststoffe einen gewissen Wassergehalt oder Lufteinschlüsse durch eine Porosität, hat das selbstverständlich ebenfalls einen Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit. Während die Anwesenheit von



Wasser mit  $\lambda = 0,569 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  [18] bei den meisten Kunststoffen einen Anstieg verursacht, verursacht Luft wie bei geschäumten Dämmmaterialien eine Absenkung.

### 1.2. Messverfahren

Die Charakterisierung eines Werkstoffes über die Bestimmung seiner thermischen Eigenschaften ist für den Einsatz in industriellen Anlagen von hoher Relevanz. Die Wärmeleitfähigkeit sollte somit von jedem neuartigen Material präzise und zerstörungsfrei bestimmt werden, um eine thermische Auslegung zu ermöglichen. Die am meisten verbreiteten Methoden dafür wären die Laser Flash Analyse, der Guarded-Heat-Flow sowie das Flächenquellenverfahren, die allesamt auf die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit beziehungsweise der Temperaturleitfähigkeit ausgelegt sind. Die Wärmeleitfähigkeit ist allerdings keine Größe, die durch einen Sensor direkt gemessen werden kann, wie beispielsweise der Wärmestrom oder die Temperatur. Ausgehend von diesen Größen und dem Bekanntsein anderer thermischer und geometrischer Faktoren kann allerdings durch den engen formelmäßigen Zusammenhang mit der Wärmeleitfähigkeit auf diese rückgeschlossen werden.

#### 1.2.1. Laser Flash Analyse

Die „Laser Flash Analyse“ (LFA) ist ein thermisches Messverfahren, welches die Temperaturleitfähigkeit von verschiedenen Werkstoffklassen in einem sehr breiten Temperaturintervall bestimmen kann. Ein planarer Probekörper definierter Geometrie wird auf einer Seite mit einem Lichtimpuls eines Lasers beschossen und ausgehend davon wird auf der Rückseite die Veränderung der Temperatur des Probekörpers aufgezeichnet [19]. Da im Falle dieser Messmethode die Ausbreitung der Temperatur und damit das instationäre Verhalten des Materials untersucht wird, ist die ermittelte Größe die Temperaturleitfähigkeit. Diese kann aus der bekannten Probekörperhöhe ( $h$ ) und der Zeit ( $t_{0,5}$ ) bis zum Erreichen der halben Maximaltemperatur an der dem Lichtimpuls abgewandten Seite innerhalb von wenigen Sekunden bestimmt werden, wie Abbildung 6 darstellt.

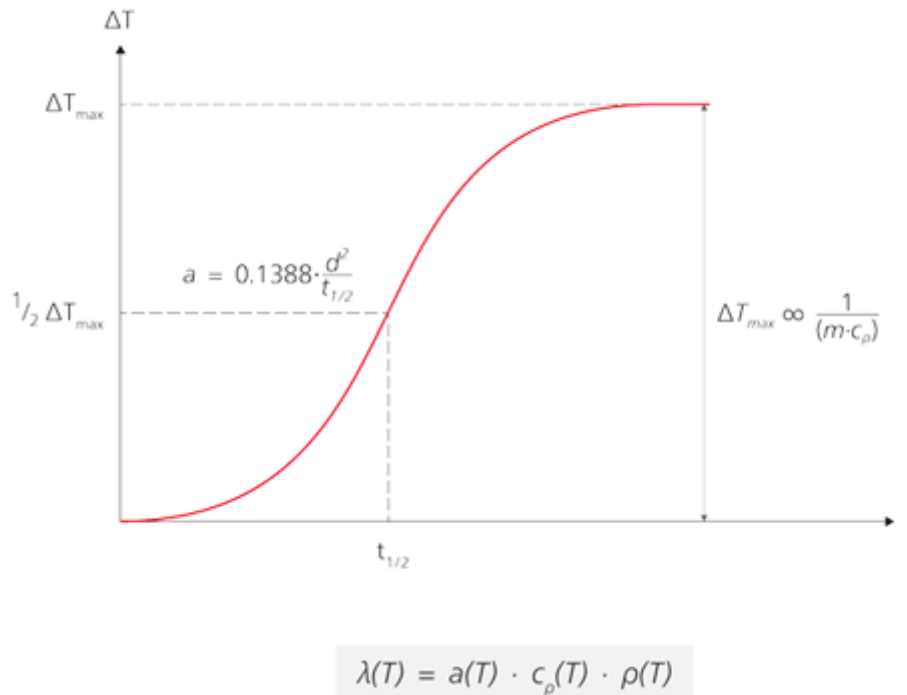


Abbildung 6: LFA: Laserimpuls Temperatursignalauswertung [20]

Aus diesen Informationen lässt sich die Temperaturleitfähigkeit nach Gleichung (5) und im Falle mancher Messgeräte durch das Bekanntsein der zugeführten Energie, die Wärmekapazität bestimmen [21].

$$a = 0,1388 * \frac{h^2}{t_{0,5}} \quad (5)$$

Durch Umformen von Gleichung (1) unter Voraussetzung des Bekanntseins der Dichte der Probe, lässt sich somit die Wärmeleitfähigkeit berechnen.

### 1.2.2. Guarded Hot Plate

Das „Guarded Hot Plate“ oder „Guarded Heat Flow“-Verfahren ist ein thermisches Messverfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit. Dafür werden je nach Messgerät ein oder zwei Probekörper in dünner Plattenform zwischen zwei mit Heizelementen ausgestatteten Platten platziert, wobei eine auf eine definierte Temperatur höher als die andere erhitzt wird. Somit lässt sich aus dem bekannten Temperaturgradienten ( $\Delta T$ ) über den Probekörper, der hinzugefügten Heizleistung ( $P$ ) der Heizplatten sowie der Probekörperfläche ( $A$ ) und des -durchmesser ( $d$ ) nach Gleichung (6) die Wärmeleitfähigkeit berechnen. Die Anzahl der Probekörperplatten geht dementsprechend auch in die Berechnung ein [22].

$$\lambda = \frac{d \cdot P}{A \cdot \Delta T} \text{ oder } \frac{d \cdot P}{2A \cdot \Delta T} \quad (6)$$

### 1.2.3. Hot-Disk-Verfahren

Das „Hot-Disk-Verfahren“, auch bekannt als „Flächenquellenverfahren“ oder „Transient Plane Source“ (TPS) Methode, ist ein Messverfahren, das primär für die direkte Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit benutzt wird. Der Messbereich liegt hierbei je nach Messgerät innerhalb  $0,005 - 1800 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  und eignet sich damit nicht nur für die Bestimmung der thermischen Eigenschaften von Kunststoffen, sondern auch für Metalle und Keramiken [23].

Im Vergleich zu anderen Messverfahren arbeiten Hot-Disk-Messgeräte ohne benötigte Kalibrierung und Referenzmessungen. Hierbei wird eine Sonde in das zu messende Material eingebettet, sodass es von allen Seiten vom Probekörper umgeben ist. Diese Sonde dient einerseits als Heizelement durch die Abgabe von elektrischen Impulsen und andererseits als Temperaturfühler um den Temperaturanstieg des umgebenden Mediums zu messen. Ausgehend vom Temperaturanstieg am Sensor an der Probekörperoberfläche und der eingesetzten Sensorleistung lässt sich die Wärmeleitfähigkeit berechnen. Die dafür verwendete Berechnungsformel differiert allerdings je nach Probekörpergeometrie und lässt sich nicht verallgemeinern [24].

### 1.2.4. Heat-Flow-Meter

Beim „Heat-Flow-Meter“ wird der Probekörper ähnlich wie beim Guarded Heat Flow zwischen zwei temperaturregelbaren Platten eingespannt, wobei sich hier noch Wärmestromsensoren an den Grenzflächen zwischen Probekörper und Heizplatten befinden. Diese Platten werden auf zwei unterschiedliche Temperaturen geregelt, die entstehenden Wärmeströme an den Grenzflächen gemessen und nach Gleichung (7) die Wärmeleitfähigkeit berechnet, wobei im Vergleich zu Gleichung (6) nur die Heizleistung durch den gemessenen Wärmestrom (Q) substituiert wird.

$$\lambda = \frac{d \cdot Q}{A \cdot \Delta T} \quad (7)$$

### 1.2.5. Dynamische Differenzkalorimetrie

Die „Dynamische Differenzkalorimetrie“ (DSC) ist eine thermische Messmethode, bei der durch Temperaturregelung der aufgenommene Wärmefluss von einem Messfühler gemessen wird. Im Messraum der DSC befinden sich zwei Aluminiumtiegel, wobei einer mit einer zu messenden Substanz gefüllt und einer leer als Referenztiegel fungiert. Die Temperatur im Messraum der DSC wird durch den Ofen an der Außenwand gesteuert und die Wärmeströme bei den Wärmesensoren, auf denen sich die Tiegel befinden, gemessen. Durch den unterschiedlichen Inhalt der Tiegel unterscheiden sie sich in der Höhe des gemessenen Wärmestromes. Aus der Differenz dieser Wärmestromsignale lässt sich

anschließend auf thermische Größen wie die Wärmekapazität, Schmelz- und Glasübergangstemperatur, Schmelzenthalpie und Kristallinitätsgrad schließen [25], [26].

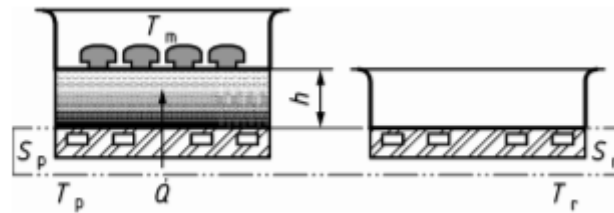
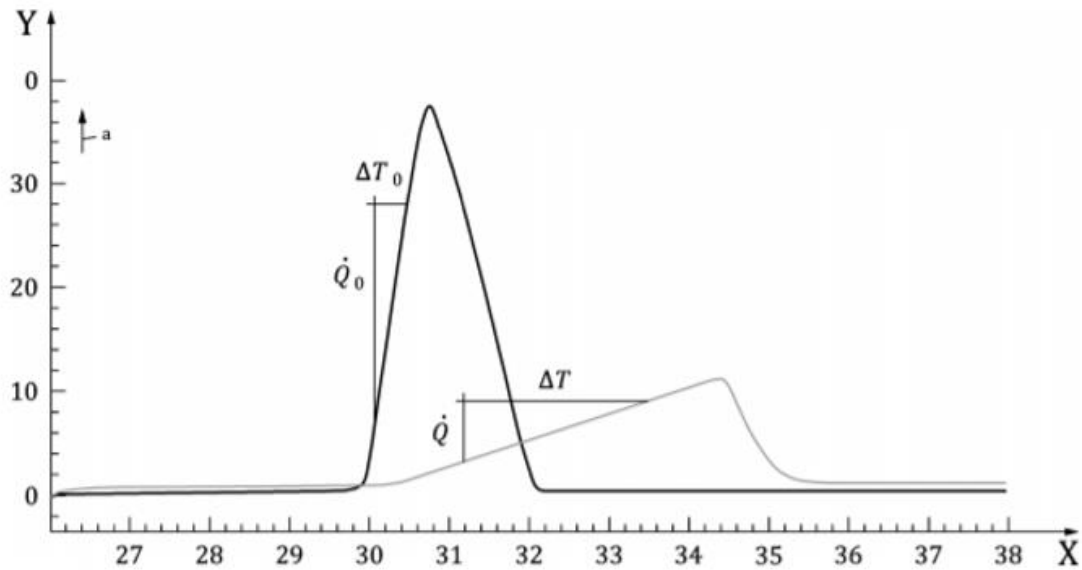


Abbildung 7: DSC: Tiegelanordnung bei Wärmestromprinzip nach Norm[27]

Kennt man allerdings das Schmelzverhalten der im Tiegel befindlichen Substanz, lässt sich die DSC erweitern, indem wie in Abbildung 7 zwischen dem Tiegel mit der Schmelzsubstanz und dem Wärmefühler ein Probekörper mit bekannter Geometrie eingesetzt wird. Nachdem es sich beim Schmelzvorgang um einen endothermen Prozess handelt, nimmt der Messtiegel dabei im Vergleich zum Referenztiegel mehr Wärme auf, wodurch ein höherer Wärmestrom am Sensor detektiert wird und ein Schmelzpeak aufgezeichnet wird. Vergleicht man nun die Wärmestromdifferenzen bei gleichem Temperaturverlauf von einem Vorgang mit Probekörper und einem Vorgang ohne Probekörper, lässt sich auf die Wärmeleitfähigkeit des Probekörpers schließen. Die entscheidende thermische Größe ist hierbei der thermische Widerstand des Probekörpers. Durch den in Gleichung (3) beschriebenen Zusammenhang zwischen der Wärmeleitfähigkeit, dem gemessenen Wärmestrom, der bekannten Probekörpergeometrie (Höhe (h), Fläche (A)) und der Temperaturdifferenz lassen sich die Steigungen der Referenzkurve ( $\dot{Q}_0/\Delta T_0$ ) und der des Probekörpers ( $\dot{Q}/\Delta T$ ) aus Abbildung 8 ablesen und in Gleichung (8) einsetzen [27].



**Legende**

X      Probentemperatur, in °C  
 Y      Wärmestrom, in mW

Abbildung 8: DSC: Auswertung der Wärmestromsignals über die Temperatur [27]

$$\lambda = \frac{h}{A \cdot \left( \frac{\Delta T}{\dot{Q}} - \frac{\Delta T_0}{\dot{Q}_0} \right)} \quad (8)$$

Die beschriebene Variante der DSC wird als Wärmestromprinzip bezeichnet, das sich von der zweiten Art, dem Leistungsstromprinzip, in einigen essenziellen Parametern unterscheidet. Beim Leistungsstromprinzip befinden sich die beiden Tiegel in getrennten Messräumen und die zugeführte Leistung ist hier der Regelparameter, nicht die Temperatur wie beim Wärmestromprinzip. Erhitzt man so die beiden Tiegel auf die gleiche Temperatur, kann man die Unterschiede in der benötigten eingebrachten Leistungen als Messgröße betrachten und ausgehend davon auf die gewünschten thermischen Eigenschaften der getesteten Substanz schließen [25].

### 1.2.6. Modulierte DSC

Die „modulierte dynamische Differenzkalorimetrie“ (MDSC) ist eine Abwandlung der DSC nach Wärmestromprinzip. Der entscheidende Unterschied ist das Durchlaufen eines oszillierenden Temperaturprogrammes im Gegensatz zu einer linearen Temperaturänderung. Im Gegensatz zu einem linearen Temperaturprofil müssen bei der MDSC zusätzlich noch die Größen für Amplitude und Frequenz des Verlaufs definiert werden. Auch wenn sich die Anwendungen der beiden Varianten nicht bedeutend unterscheiden, bietet die MDSC eine höhere Sensitivität und Genauigkeit in der Detektion von schwer zu bestimmenden leichten Phasenübergängen sowie eine alternative Messmethode zur Wärmeleitfähigkeitsbestimmung [28].

Die bestimmte Messgröße, die der Methode zugrunde liegt, ist die spezifische Wärmekapazität der Probekörper. Der Vorgang ist der Norm ASTM E1952-17 [29] entnommen. Über die Bestimmung der bekannten Wärmeleitfähigkeit eines Probekörpers wird eine Referenzwärmeleitfähigkeit ( $\lambda_r$ ) festgelegt. Von den gemessenen Probekörpern kann anschließend durch die geometrischen Abmessungen, die Einstell-Parameter und die gemessene spezifische Wärmekapazität ( $c_p$ ) die beobachtete Wärmeleitfähigkeit ( $\lambda_o$ ) nach Gleichung (9) bestimmt werden. Für die Bestimmung der realen Wärmeleitfähigkeit des Probekörpers wird zuerst durch den Referenz- und den beobachteten Wert der Kalibrierparameter ( $D$ ) nach (10) bestimmt. Über diesen Parameter kann daraufhin die Wärmeleitfähigkeit nach Gleichung (11) berechnet werden [29].

$$\lambda_o = \frac{8 \cdot h \cdot c^2}{c_p \cdot m \cdot d^2 \cdot P} \quad (9)$$

Mit  $c$ ...Wärmekapazität,  $m$ ...Probekörpermasse,  $P$ ...Periode,  $h$ ...Höhe,  $d$ ...Durchmesser

$$D = (\lambda_o \cdot \lambda_r)^{\frac{1}{2}} - \lambda_r \quad (10)$$

$$\lambda = \frac{\lambda_o - 2D + (\lambda_o - 4D\lambda_o)^{\frac{1}{2}}}{2} \quad (11)$$

Folglich lässt sich auch die Temperaturleitfähigkeit ( $a$ ) berechnen, indem die Wärmeleitfähigkeit und die durch die bekannten geometrischen Parameter und die gemessene Masse substituierte Dichte in Gleichung (12) eingesetzt werden.

$$a = \frac{\lambda \cdot h \cdot d^2 \cdot \pi}{4 \cdot c_p \cdot m} \quad (12)$$

### 1.2.7. Thermografie

Als Thermografie wird ein optisches sowie berührungsfreies Verfahren zur Messung der Temperatur aufgrund der Aussendung elektromagnetischer Wellen eines Messkörpers bezeichnet. In den meisten Fällen bezieht sich das Verfahren auf Strahlen im infraroten Bereich, also einem Wellenlängenbereich von 760 nm – 1000 nm. Die Basis dieser Messmethode beruht auf der Idealisierung des Probekörpers als schwarzen Strahler und der Charakterisierung dessen Strahlung ( $M$ ) durch das Planck'sche Strahlungsgesetz (13) [30].

$$M = \frac{c}{\lambda(e^{\frac{c}{\lambda T}} - 1)} \quad (13)$$

$\lambda$ ...Wellenlänge,  $c_1$ ...Konstante 1,  $c_2$ ...Konstante 2

Die daraus durch Integration beziehungsweise Differenziation hergeleiteten Gesetze, das Stefan-Boltzmann-Gesetz (14) sowie das Wiensche Verschiebungsgesetz (15), können somit das reale

Strahlungsverhalten charakterisieren und die gesamte Strahlung (M) mit Hilfe der Stefan-Boltzmann-Konstante ( $\sigma$ ) sowie das Strahlungsmaximum ( $\lambda_{max}$ ) abschätzen.

$$M = \sigma \cdot T^4 \quad (14)$$

$$\lambda_{max} = \frac{2986 \mu m \cdot K}{T} \quad (15)$$

Die von der Thermografiekamera detektierte Strahlung kann allerdings auf mehr als ein Phänomen zurückgeführt werden. Demnach setzt sich die gesamte, in einem gewissen Messbereich detektierte Strahlung aus einem vom Körper selbst emittierten, einem vom Körper reflektierten und einem transmittierten Anteil additiv zusammen. Durch die Annahme, dass der Messkörper nicht transparent ist und unter Berücksichtigung der zusätzlichen Strahlung der Messstrecke ergibt sich anschließend die durch die Kamera detektierte Strahlung in Gleichung (16). Aus diesen Messgrößen inklusive der Informationen der Umgebungs- und Messstreckentemperatur sowie des Emissionsgrades ( $\epsilon$ ) des Mediums lässt sich somit auf die Messkörpertemperatur schließen[30].

$$T_{Objekt} = \Phi^{-1} \cdot \left( \frac{\Phi_{gemessen} - (1 - \tau_{Messstrecke}) \cdot \Phi_{Messstrecke} - (1 - \epsilon) \cdot \Phi_{Umgebung}}{\epsilon} \right) \quad (16)$$

Mit  $\Phi$ ...Strahlung,  $\tau$ ...Transmissionsgrad

Basierend auf diesem Prinzip wird ein Versuchsaufbau und -ablauf erstellt, der die Wärmeleitfähigkeit bestimmen kann. Durch das Aufbringen des Probekörpers auf einen beheizten Mikroskopisch und das Durchlaufen eines vorgegebenen Temperaturänderungsprogramms kann durch die bestimmten Wärmebilder der Probekörper ein Temperaturänderungsprofil über die Zeit bestimmt werden. Dafür werden fixierte Temperaturänderungsintervalle über die Zeit gemessen, mit Probekörpern bekannter Wärmeleitfähigkeit verglichen und zwischen ihnen interpoliert. Obwohl das Verhalten, welches die Ausbreitung der Wärme innerhalb des Probekörpers beschreibt, ein instationäres ist und damit durch die Temperaturleitfähigkeit beschrieben wird, wird die Wärmeleitfähigkeit als Vergleichsgröße herangezogen, da der Messpunkt an der Oberseite stationär bleibt.

Eine etablierte Messmethode, die sich bereits dem Zusammenhang zwischen Temperatur und Wärmeleitfähigkeit behilft, ist die Wärmefluss-Thermografie. Dieses Verfahren wird für die Prüfung von Bauteilen verwendet und ist darauf ausgelegt, über die detektierten Temperaturunterschiede aufgrund von Wärmefluss bzw. Wärmeleitfähigkeitsdifferenzen auf Fehlstellen schließen zu können. Dies lässt sich auf die viel geringere Wärmeleitfähigkeit von Luft oder anderen gasförmigen Medien, die sich in Löchern, Rissen oder auch bei Wanddickenveränderungen ansammeln, zurückführen. Dieses Prüfverfahren kann „aktiv“ mit einem gezielt hinzugefügten Wärmestrom, „passiv“ ausschließlich mit

der vom Objekt ausgehenden Wärme und als Impuls-Thermographie durchgeführt werden, bei der der Oberfläche des Objekts durch einen Wärmeimpuls kurzzeitig Wärme zugeführt wird [31].

### 1.2.8. Vergleich der Messmethoden

Jedes Verfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit ist für unterschiedlich hohe Wärmeleitfähigkeiten, Probekörpergeometrien, Messgenauigkeiten sowie Dauern vorgesehen. Um ein Alternativverfahren zur Wärmeleitfähigkeitsbestimmung nach seiner Sinnhaftigkeit zu untersuchen, ist ein Vergleich der Messgenauigkeiten sowie der Messdauern von Relevanz und wird in Tabelle 1 mit den angegebenen Werten einzelner Hersteller verglichen.

Tabelle 1: Vergleich der Messparameter der Messverfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit

Messgerät	Messverfahren	Messdauer (min)	Messbereich ( $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ )	Messgenauigkeit
Q20	DSC	55	bis 1	5-10% [27]
Q2500	MDSC	2x20	0,1-1	4-7%[29]
Infratec	Thermografie	1,5	-	-
Thermtest	Heat-Flow-Meter	30-60	0,001-0,5	3% [23]
Thermtest	Hot-Disk-Verfahren	1-10s	0,005-1800	5% [23]
Thermtest	Laser Flash Analyse	1s	0,005-2	2% [23]
Thermtest	Guarded-Heat-Flow	~60	0,1-40	5% [23]
Thermtest	Guearded-Hot-Plate	120+	0,005-2	2% [23]

Im Vergleich zu den etablierten Messmethoden liefern die DSC und MDSC Methoden nach Literaturangaben Anwendungsbereiche in niedrigeren Wärmeleitfähigkeiten bis maximal  $1 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ . Auch die Messgenauigkeiten haben nach Norm höhere Abweichungen, weswegen die Messzeiten erhöht werden müssten da die Mittelwerte aus mehreren Messungen zu bestimmen sind. In Bezug auf die Messzeiten stehen die DSC und MDSC im Mittel zwischen den wenigen Sekunden Messzeit der auf Laserimpulsen basierenden Verfahren Laser Flash Analyse sowie Hot-Disk-Verfahrens und den Heat Flow sowie Hot Plate Verfahren, die sich im Stundenbereich befinden. Die thermografische Methode ist noch nicht in ausreichendem Maße getestet, um die Parameter zu Messbereich und Messgenauigkeit festlegen zu können.



## 1.3. Getestete Materialien

### 1.3.1. Literaturwerte der Wärmeleitfähigkeiten

Tabelle 2: Auflistung der Wärmeleitfähigkeiten verschiedener Literaturquellen

Quellen	(W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	λ(PS)	λ(PP)	λ(PE-LD)	λ(PE-HD)	λ(PA6)
Polymehr [32]		0,16	0,2	-	0,4	0,38
Polymehr: Werkstofftabelle [8]		0,17	0,22	-	0,4	0,23
Kern [33]		0,17	-	0,3	0,42	0,23
Wefapress [34]		-	0,22	-	-	0,23
Distrelec [35]		-	0,22	-	-	-
S-Polytec [36]		-	-	-	0,38	-
Amsler-frey [37]		0,17	-	-	-	-
Grundlagen des Ingenieurwesens [38]		0,17	0,23	-	0,33-0,57	-
Netzsch [39]		0,14-0,18	-	0,3-0,34	0,33-0,53	0,22-0,33
Goodfellow [40]		-	-	0,33	-	-
Auer-Kunststofftechnik [41]		-	-	0,35	-	-
Dominghaus [10]		0,18	0,22	0,35	0,43	0,29

In Tabelle 2 sind die Literaturwerte der Wärmeleitfähigkeiten der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Polymere aus Datenblättern verschiedener Hersteller zu sehen und es lässt sich ablesen, dass die Werte je nach Hersteller und Testverfahren abweichende Werte liefern und im Falle von Polyethylen und Polyamid ein sehr breites Spektrum aufzeigen, während Polystyrol und Polypropylen sehr genau einem Wert zugeordnet werden können.

Die untersuchten Polymere wurden dahingehend ausgewählt, dass sie durch ihre unterschiedlichen Eigenschaften bezüglich Wasseraufnahme, Faserorientierung, Dichte und Kristallinität die Einflüsse dieser Eigenschaften auf die untersuchten Wärmeleitfähigkeiten widerspiegeln können. Zusätzlich testen sie die alternativen Testverfahren im gesamten von der Norm vorgegebenen Messbereich von  $\lambda = 0,1-1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

Kunststoffe lassen sich nach ihrem strukturellen Aufbau in drei Kategorien einteilen, wobei Elastomere eine schwache Vernetzung der Polymere, Duroplasten eine starke Vernetzung der Polymere und Thermoplasten einen Aufbau aus kristallinen und amorphen Phasen aufweisen. Die Einteilungskriterien zwischen diesen Klassifizierungen sind primär auf die Struktur, Elastizität und ihre mechanischen Eigenschaften beschränkt. Es lassen sich aber auch Richtwerte für Wärmeleitfähigkeiten von Elastomeren ( $0,1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ), Thermoplasten ( $0,2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) und Duroplasten ( $0,3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )

formulieren. Nachdem die Kristallinität der Kunststoffe ein großer Einflussfaktor auf die Wärmeleitfähigkeit ist, ist die Wahl der Materialien ausschließlich auf Thermoplasten gefallen. Diese Richtwerte spiegeln wider, dass eine stärkere Vernetzung mit einer dichteren Struktur und damit einer höheren Wärmeleitfähigkeit einhergeht. Der Richtwert für Thermoplasten ist hierbei aber eher nur als Mittelwert zu betrachten, da je nach Kristallinitätsgrad, Werte weit darüber und darunter möglich sind [10].

### 1.3.2. Polystyrol - PS

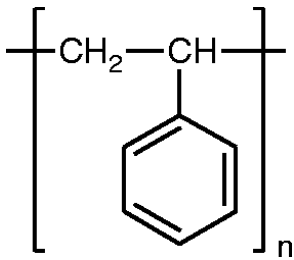


Abbildung 9: Polystyrol [42]

Polystyrol ist ein Polymer, das zumeist aus radikalischer Polymerisation von Styrol hergestellt wird. Je nach Herstellungsart und -bedingungen lässt es sich in syndiotaktisches, isotaktisches und ataktisches Polystyrol einteilen [42]. Das häufig vorkommende ataktische oder auch amorphe Polystyrol besitzt demnach durch seinen nichtkristallinen Charakter keine Schmelztemperatur, sondern nur eine Glasübergangstemperatur, die bei  $T_g = 100^\circ\text{C}$  liegt. Es zeichnet sich durch Transparenz, hohe Härte sowie Sprödigkeit aus. Durch die sehr geringe Wärmeleitfähigkeit von ataktischem Polystyrol von  $\lambda = 0,14\text{-}0,18 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  [39] in Kombination mit seiner guten Schäumbarkeit wird es in seiner geschäumten Form „EPS“ vor allem als Wärmedämmstoff eingesetzt und aufgrund der guten chemischen Beständigkeit gegen Säuren, Basen und Fette als Lebensmittelverpackungsmaterial für tierische Produkte, aber auch in Spielzeug sowie in der Elektronikbranche eingesetzt [10], [43]. Von den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Materialien weist Polystyrol aufgrund seiner Amorphizität die geringste Wärmeleitfähigkeit auf.

### 1.3.3. Polypropylen - PP

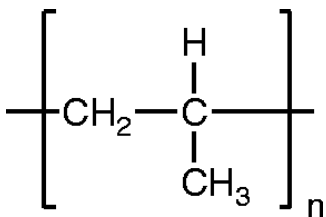


Abbildung 10: Polypropylen [44]

Polypropylen ist ein Polyolefin, da das Ausgangsmonomer Propen ein Alken ist und wird zumeist durch Gasphasen- sowie Fällungspolymerisation aus Propen hergestellt. Im weltweiten Herstellungsvolumen aller Kunststoffe belegt es hinter Polyethylen den zweiten Platz. Durch seinen vergleichsweise hohen Schmelzpunkt von  $T_m = 160^\circ\text{C}$  besitzt es einen breiten Temperatureinsatzbereich sowie gute Verarbeitungseigenschaften aufgrund des harten, steifen Charakters und der Kompatibilität mit Lebensmitteln. Neben dem Einsatz in Lebensmittelverpackungen, wird es auch in Fasern und Folien, als Rohrleitungen, in der Automobilbranche oder für Haushaltsgeräte eingesetzt. In vielen dieser Anwendungen werden dem Polyolefin Füllstoffe beigemischt um seine Eigenschaften nach Wunsch anzupassen [10], [44].

#### 1.3.4. Polyethylen - PE

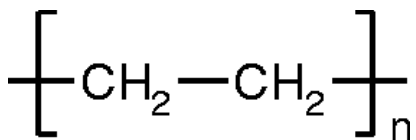


Abbildung 11: Polyethylen [45]

Polyethylen zählt als das am weitesten verbreitete Polyolefin und ist für seine verschiedenen teilkristallinen Strukturen und der damit einhergehenden Vielseitigkeit der Eigenschaften bekannt. Je nach Anzahl und Länge der Verzweigungen variiert die Dichte des Polyethylens, nach welcher es eingeteilt werden kann. Wobei sich das Spektrum von PE-LLD mit der niedrigsten Dichte und der verzweigtesten Struktur über PE-LD und PE-MD bis hin zur linearsten Struktur des dichtesten PE-HD erstreckt. Mit der unterschiedlichen Dichte geht auch eine Änderung des Kristallinitätsgrads einher, wobei mit steigender Dichte auch der Kristallinitätsgrad steigt [10]. Mit den strukturellen Unterschieden treten auch mechanische und thermische Eigenschaftsunterschiede auf, weswegen die Eigenschaften des Polyethylens nicht eindeutig festlegbar sind. Verallgemeinert lässt sich aber sagen, dass sich Polyethylen durch seine guten elektrischen Isoliereigenschaften, seine chemische Beständigkeit sowie seine geringe Wasserdampfdurchlässigkeit auszeichnet. Mit einer Belegung von 30% des gesamten Kunststoffmarktes, gilt es als der am häufigsten angewendete Kunststoff und wird unter anderem als Folie, für Verpackungen sowie für Kabel eingesetzt. Außerdem dient es als Grundwerkstoff für viele Copolymere, um die Eigenschaften des Polyethylens noch genauer auf die gewünschte Anwendung anzupassen [10].

### 1.3.5. Polyamid PA6

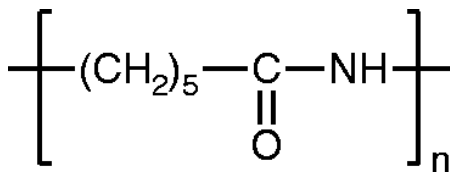


Abbildung 12: Polyamid PA6 [46]

Polyamid 6 ist wie Polyamid 6.6 oder Polyamid 11 eine der verschiedenen Polyamidstrukturen, die sich durch die monomeren Bestandteile unterscheiden. Bei PA6 wie in Abbildung 12 dargestellt, ist die Zahl „6“ auf die Anzahl der Kohlenstoffatome eines Monomers zurückzuführen. Diese verschiedenen Strukturen weisen unterschiedliche thermische und mechanische Eigenschaften sowie Unterschiede in ihrer Möglichkeit der Wasseraufnahme auf. Während PA11 nur etwa 2% an Wasser aufnehmen kann, kann PA6 bis zu 10% Wasser aufnehmen, da PA6 prozentuell mehr NHCO-Gruppen besitzt, die eine höhere Affinität zu Wassermolekülen als CH<sub>2</sub>-Gruppen haben [46].

Aufgrund der Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit vom Wassergehalt ( $x_{\text{H}_2\text{O}}$ ), da die Wärmeleitfähigkeit von Wasser bei Raumtemperatur mit  $\lambda = 0,569 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  [18] höher als die von PA6 ist, lässt sich ein Zusammenhang ermitteln. Der erwähnte Wassergehalt ist als

$$x_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{m_{\text{H}_2\text{O}} + m_{\text{PA6}}}{m_{\text{PA6}}} \quad (16)$$

definiert. Polyamide lassen sich durch ihren harten, festen, verschleißfesten sowie elektrisch isolierenden Charakter definieren, der allerdings wie die Wärmeleitfähigkeit vom Wassergehalt abhängig ist. Im Vergleich zu Polyolefinen weist Polyamid 6 eine hohe Dichte sowie einen hohen Schmelzpunkt von  $T_m = 221^\circ\text{C}$  auf. Verwendet wird Polyamid 6 zu einem hohen Anteil als Fasern in Sportbekleidungen, sowie als Werkstoff für Bauteile wie Lager, Schrauben und Halbzeuge. Auch in der Lebensmittelindustrie wird Polyamid in Folien als Teil von Verbundfolien eingesetzt [10].

### 1.3.6. Kohlefaserverstärkter Kunststoff - CFK

Unter Kohlefaserverstärkten Kunststoffen (CFK) versteht man Werkstoffe, die aus einer Harzmatrix und eingearbeiteten Carbonfasern bestehen, wodurch ein Werkstoff mit sehr guten mechanischen Eigenschaften trotz einer sehr geringen Dichte entsteht. Als Herstellungsmethoden eignen sich hierfür Wickel-, sowie Pultrusionsverfahren, wobei die Fasern meist unidirektional eingebracht werden, was durch die unterschiedlichen Eigenschaften der Komponenten richtungsabhängige Eigenschaften des Verbunds ergibt [47].

Als Ausgangsstoff für die Versuchsreihe lag ein durch Pultrusion hergestellter Strang mit Kohlenstofffaser verstärktem Kunststoff vor. Dieser 160 x 30 x 5mm große Strang weist unidirektionale

Fasern in Längsrichtung der Strangs auf, der im Rahmen einer Dissertation hergestellt und aus entweder aus R/L20-T/HTSTS/UD65f oder R/Sika/Sigrafil-T700SC/UD65f besteht [48]. Nachdem der Kohlefasergehalt allerdings bei beiden möglichen Werkstoffen 65% beträgt, ist für den zu beobachtenden Effekt das exakte Material von untergeordneter Relevanz. Wärmeleitfähigkeiten von kohlefaserverstärkten Kunststoffen sind nicht eindeutig zu bestimmen, da Kohlefaser eine Wärmeleitfähigkeit von  $17 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  und Epoxidharz eine von  $0,23 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  [49] aufweist, weshalb die Wärmeleitfähigkeit des Verbundwerkstoffes stark von Zusammensetzung und Faserorientierung abhängig ist. Auch am Beispiel von anderen CFKs wird in der Literatur auf einen signifikanten Einfluss der Faserrichtung auf die Wärmeleitung gewiesen.

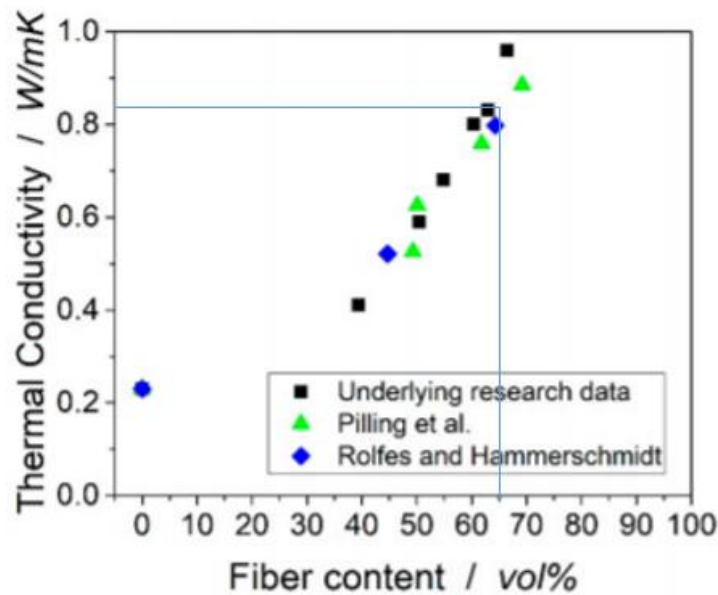


Abbildung 13: Wärmeleitfähigkeit eines CFK waagrecht zur Faserrichtung nach Faseranteil [49]

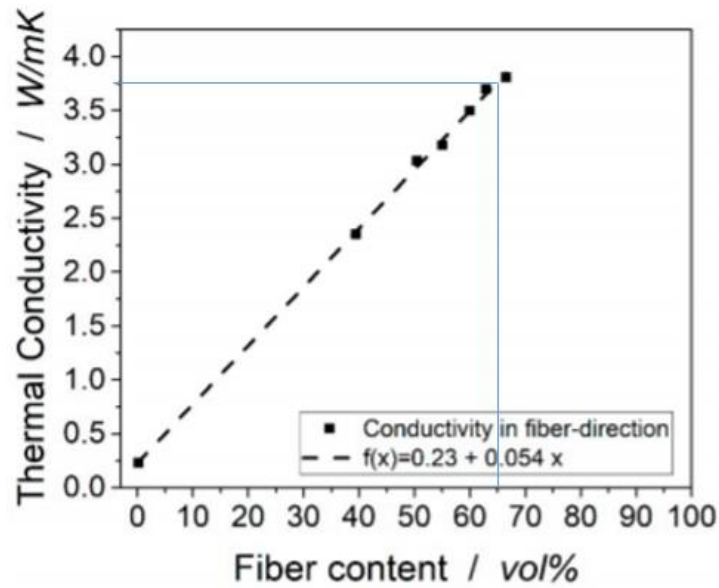


Abbildung 14: Wärmeleitfähigkeit eines CFK mit der Faserrichtung nach Faseranteil [49]

Basierend auf Abbildung 13 und Abbildung 14 würden sich bei einem Fasergehalt von 65% Richtwerte für die getesteten Materialien von  $0,83 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  für die Wärmeleitfähigkeit horizontal zur Faserrichtung und  $3,75 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  für die Wärmeleitfähigkeit in Faserrichtung ergeben. Somit lässt sich ein Faktor von 4,5 ablesen, um welchen sich die Wärmeleitfähigkeit mit der Faserorientierung bei dieser exakten Zusammensetzung erhöht.

## 2. Materialien und Methoden

### 2.1. Gerätbezeichnungen und Hersteller

Tabelle 3: Produktbeschreibungen der verwendeten Geräte

Messgerät	Hersteller	Produktbezeichnung
Analysenwaage	Sartorius	LE225D
Dichtebestimmungsset	Sartorius	YDK 01
DSC	TA Instruments	Q20-2607
Heißpresse	Collin	P 200 P
Doppelschneckenextruder	Thermo Scientific	Haake MiniLab II
Laser Flash Messgerät	Netzsch	LFA Hyperflash Light Flash Apparatus
MDSC	TA Instruments	Q2500
Mikroskopheiztisch	Linkam	THMS 600
Schleifpapier	Struers	Waterproof SiC P#320/P#1000
Stanzeisen	Mayhew Tools	PL320cm - 6er/5er Eisen
PTFE-Spray	WD-40	Hochleistungs-PTFE Schmierspray
Tiegelbeschichtung	Staedler	Permanent Lumocolor F schwarz
TGA	TA Instruments	Q500
Thermografiekamera	Infratec	VarioCAM hr head 640
Waage	Kern	PCB3500-2

### 2.2. Werkstoffbezeichnungen und Hersteller

Tabelle 4: Verwendete Materialien mit ihren Bezeichnungen und Herstellern

Werkstoff	Bezeichnung	Herstellerfirma
Dämmmaterial	Polyurethan geschäumt	
Gallium	99,99999% Gallium	Sigma Aldrich Chemistry
Kohlefaserverbund	Siehe 1.3.6	-
Polyamid	PA 6	unbekannt
Polyethylen HD	Hostalen PE-HD GF4750	LyondellBasell
Polyethylen LD	Bralen+ FB 08-12	Mol Petrochemicals; Slovnaft
Polypropylen	PP HA 104 E	Borealis
Polystyrol	PS	Synthos
Silikonöl	$\mu = 350 \text{ mPa}\cdot\text{s}$	W. Neubers Enkel Groß-Drogerie

### 2.3. Plattenpressen

Um für die verschiedenen durchgeführten Messmethoden Probekörper passender Höhe zu erhalten, wurden mit der Heißpresse Platten hergestellt. Dafür wurden die Ausgangsgranulate der Kunststoffe mittels Heißpresse auf 14x8cm große Platten mit Höhen von  $h = 0,5 \text{ mm}$ ,  $1 \text{ mm}$ ,  $2 \text{ mm}$  und  $3,5 \text{ mm}$  gepresst. Für jeden individuellen Kunststoff wurde ein eigenes Temperatur- und Druckprofil verwendet, wie in Abbildung 15 und Abbildung 16 zu sehen, um angepasst an deren Schmelz-, Glasübergangstemperaturen und Viskositätsverhalten eine homogen dicke, glatte und luftabschlussfreie Platte zu gewährleisten. Im Falle der hergestellten 50:50 Mischung aus PE-LD und PE-HD wurde  $50 \text{ g PE-LD}$  und  $50 \text{ g PE-HD}$  Granulat eingewogen, durchmischt und anschließend in den Doppelschneckenextruder eingeführt. Die bei  $T = 190^\circ\text{C}$  und  $100 \text{ U/min}$  extrudierten Stränge wurden anschließend in kleine Stücke geschnitten, bevor sie in die Heißpresse eingeführt wurden.

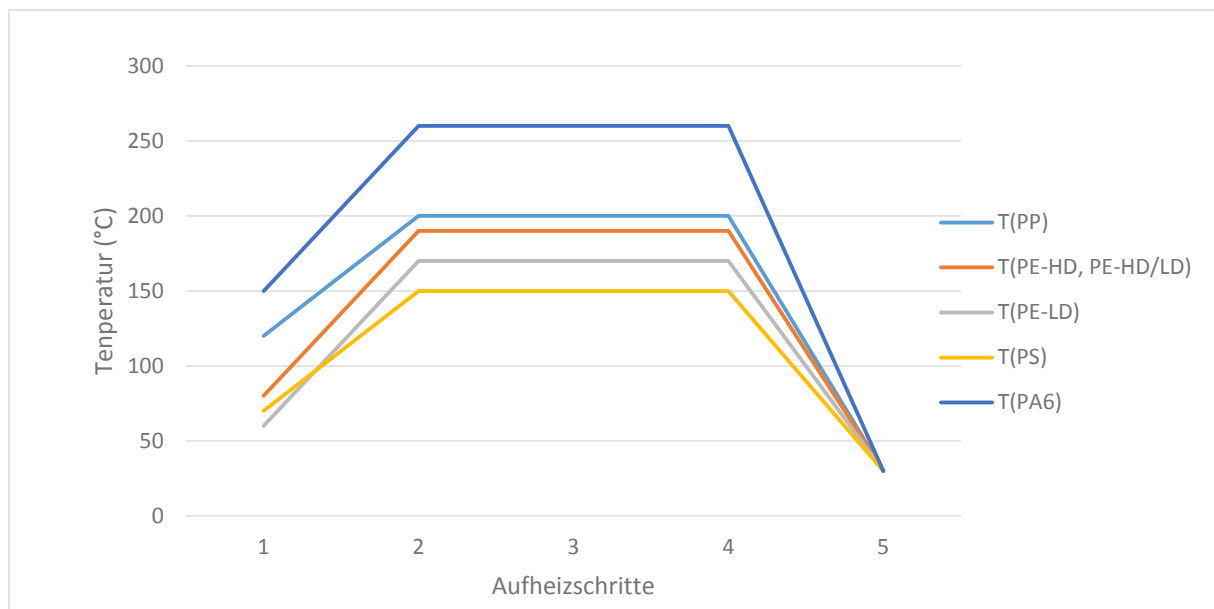


Abbildung 15: Heißpresse: Temperatureinstellungen bei Probplattenherstellung



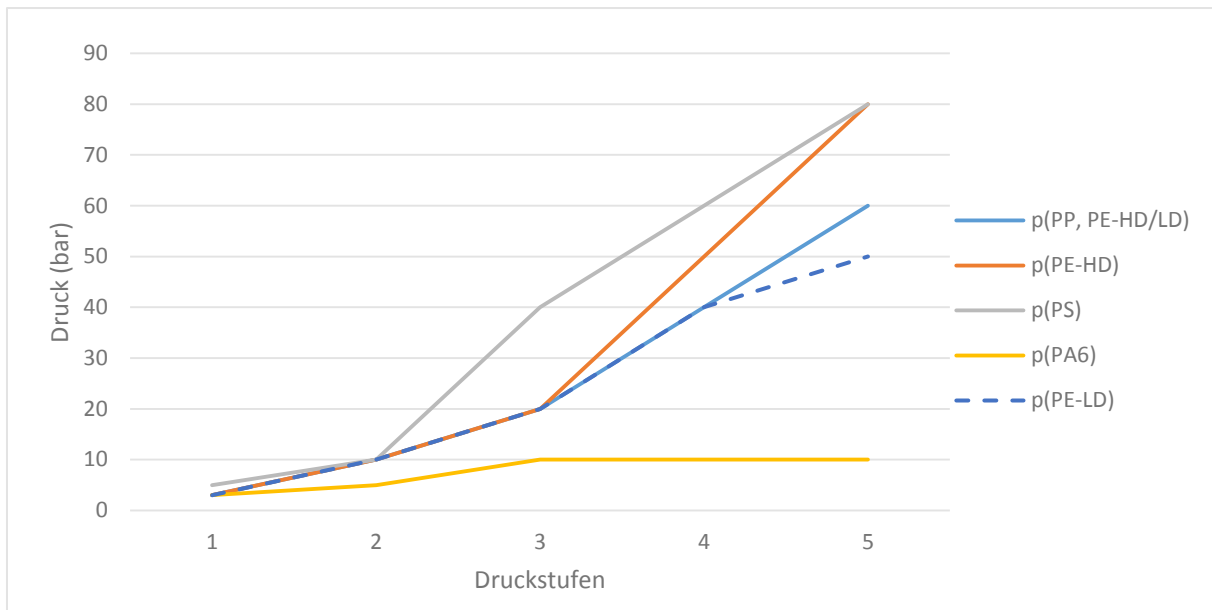


Abbildung 16: Heißpresse: Druckeinstellungen bei Probplattenherstellung

Die benötigte Masse an Kunststoff wurde über die bekannten Dichten und die Plattengeometrie errechnet und mit etwas Überschuss für mögliche Verluste in den Pressblock eingeführt. Davor wurde vor allem bei Kunststoffen mit hoher Haftung an Metallen die Oberfläche gleichmäßig mit PTFE-Spray eingesprüht, um ein leichtes Ablösen der gepressten Platte vom Pressblock zu ermöglichen. Beim Einstellen der Höhe der Drücke war darauf zu achten, dass diese nicht zu hoch gewählt werden, um bei geringer Viskosität der Kunststoffe, wie bei Polyamid 6, das Produkt nicht aus den Ritzen des Pressblockes zu drücken. Die eingestellten Maximaltemperaturen sind etwa 20-30°C über den Schmelzpunkten zu wählen gewesen, um ein passendes Fließverhalten der Kunststoffe über die Flächen zu gewährleisten und wurden allesamt mit einer Temperatursteigung von 12 s/K durchgeführt, was 5 K/min entspricht.

## 2.4. Referenzmessungen - Laser Flash Analyse

Nachdem die Literaturwerte für Wärmeleitfähigkeiten je nach Material und Quelle eine nicht unbedeutende Abweichung besitzen, wurde mittels Laser Flash Analyse eine Reihe an Referenzmessungen durchgeführt. Nur durch die Durchführung dieser Messungen ließ sich der ideale Messwert für DSC und Thermografie ermitteln und feststellen ob sich diese Verfahren überhaupt für die Wärmeleitfähigkeitsmessung eignen.

Da die Ausgangsgröße der Laser Flash Analyse die Temperaturleitfähigkeit ist, war ebenfalls die Bestimmung der Dichte sowie der spezifischen Wärmekapazität notwendig, um nach Gleichung (2) auf die Wärmeleitfähigkeit umzuformen. Die wertmäßige Reihenfolge der Temperaturleitfähigkeiten ist jener der Wärmeleitfähigkeiten ähnlich und wird nur durch die Multiplikation mit der Dichte und der spezifischen Wärmekapazität umgeformt. Die Geometrie der Probekörper wurde mit einem Durchmesser von  $d = 1$  Zoll (25,4mm) festgelegt, wobei deren Höhen von jenen der vorhandenen gepressten Platten abhängig und für die Messung irrelevant waren, solange sie sich im Bereich von  $h = 0,06$ -4mm befanden. Der Kohlefaserverbund wurde von der Bestimmung der Referenzmessungen ausgenommen, da die angeforderte Probekörpergeometrie zu groß für den zur Verfügung stehenden CFK-Strang war.

Die Dichtebestimmung wurde auf der Analysenwaage mittels gerätspezifischem Dichtebestimmungsset für alle anderen Materialien durchgeführt. Als Medium wurde eine Wasser-Spülmittelmischung bei einer gemessenen Mediumstemperatur von  $T = 23,1^\circ\text{C}$  und damit einer Mediumsdichte von  $\rho_{\text{Medium}} = 0,99754 \text{ g/cm}^3$  durchgeführt. Für Probekörper einer höheren Dichte wurde das Gewicht der Probekörper einmal in Luft ( $W_a$ ) und einmal in einem hängenden Korb im Medium bestimmt, um durch die Differenz ( $G$ ) mit Gleichung (17) auf die Probekörperdichte rückrechnen zu können.

$$\rho = W_a \cdot \frac{\rho_{\text{Medium}} - 0,0012}{0,99983 \cdot G} + 0,0012 \quad (17)$$

Ist die zu erwartende Dichte des Probekörpers größer als die des Mediums, werden die Probekörper auf einem zur Mediumsoberfläche konkaven Käfig platziert. Ist die Dichte allerdings geringer, wird das Auftriebsverfahren verwendet und die Probekörper unterhalb einer zur Oberfläche konvexen Käfigs im Medium platziert.

Für die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität der Probekörper mittels DSC gibt es mehrere Möglichkeiten. Die klassische Methode der Wärmekapazitätsbestimmung bestimmt eine idealerweise gerade Linie mit einem leeren Tiegel, dessen Abweichungen bei Messungen mit einem Probekörper auf deren Wärmekapazität schließen lassen. Aufgrund der Empfindlichkeit auf geringe Abweichungen

sowie einer aufwendigen und fehleranfälligen Kalibrierung wurde diese Methode vermieden. Alternativ dazu bietet die T-Zero Technologie essenzielle Vorteile, da diese durch einen zusätzlichen Wärmesensor mögliche Abweichungen durch eine Unregelmäßigkeit in Basislinie und Messungen ausgleicht [50]. Nachdem die Messungen der Wärmekapazitäten nach der dritten Möglichkeit der MDSC mit jenen der Literaturwerte übereingestimmt haben, wurden die Werte der Messungen aus 3.3 übernommen und für die Polystyrol-Kreide Mischungen wurde ebenfalls Messungen unter den gleichen Bedingungen durchgeführt. Die Probekörpergeometrie beträgt ebenfalls  $d = 5\text{mm}$  und  $h = 0,4\text{mm}$  und das Temperaturprogramm wurde von der ASTM-Norm [29] für die Wärmeleitfähigkeitsbestimmung übernommen.

Die Probekörper für die Temperaturleitfähigkeitsbestimmung wurden an das Polymer Competence Center Leoben (PCCCL) geschickt und es wurden am Laser Flash Messgerät pro Probekörper fünf Messreihen durchgeführt und die Ergebnisse in Folge gemittelt. Aus den Mittelwerten, den Dichten sowie den Wärmekapazitäten wurden die Wärmeleitfähigkeiten errechnet.

## 2.5.DSC

### 2.5.1. DSC Probekörpervorbereitung

Die Probekörper für die Wärmeleitfähigkeitsbestimmung mittels DSC wurden in einem Höhenbereich von  $h = 0,5\text{-}2\text{mm}$  Dicke durchgeführt. Nachdem der Durchmesser der Messkörper nach DIN EN 11357-8 [27] nur  $\pm 1\text{mm}$  von jenem der Tiegelböden abweichen soll, wurden die Probekörper für die erste Messreihe auf einen Durchmesser von  $d = 6\text{mm}$  gebracht. Für die zweite Messreihe wurde derselbe Prozedere für Probekörper mit einem Durchmesser von  $d = 5\text{mm}$  durchgeführt.

Anschließend konnte für die DSC-Messungen aus den gepressten Platten mit einem Stanzeisen Probekörper ausgestochen und mit Schleifpapier auf die genauen gewünschten Maße geschliffen werden. Auf diese Weise wurden für alle zu messenden Materialien je fünf Probekörper gleicher Höhe und Durchmesser mit einer Höhe von  $h = 2\text{mm}$ ,  $h = 1\text{mm}$  sowie  $h = 0,5\text{mm}$  und einem Durchmesser von  $d = 6\text{mm}$  hergestellt. Durch die Verwendung von P320 Schleifpapier und die damit einhergehende Steigerung der Oberflächenrauigkeit sinken die ermittelten Wärmeleitfähigkeiten bei Verwendung einer Körnung von P320 um durchschnittlich 8,2% [51].

Für die zweite Messreihe mit Probekörperdurchmesser von  $d = 5\text{mm}$  wurde ein P1000 Schleifpapier verwendet, um die Absenkung der Wärmeleitfähigkeiten durch die Oberflächenrauigkeit zu minimieren. Außerdem wurde mit einem an den Podestdurchmesser angepassten Probekörperdurchmesser gemessen, nachdem bei DSC-Geräten von „TA Instruments“ der Tiegeldurchmesser von dem des Messpodests abweicht.

Die Polyamid 6 Probekörper wurden einmal nach Lagerung bei Raumklima und einmal in destilliertem Wasser gemessen, um den Einfluss des Wassergehalts zu bestimmen. Um die tatsächlichen Wassergehalte der Probekörper zu bestimmen, wurde von einem bei Raumklima und einem nassgelagerten Probekörper eine Thermogravimetrische Analyse (TGA) bei einer Temperatur von  $T = 120^\circ\text{C}$  durchgeführt und aus den bestimmten Massenverlusten auf die Wassergehalte der Probekörper geschlossen. Die Differenz der Wassergehalte ist mit  $x_{\text{H}_2\text{O}} = 2,1\%$  bei Raumklima und  $x_{\text{H}_2\text{O}} = 8,2\%$  im feuchten Zustand durchaus signifikant. Durch das Bestimmen der Massen vor der durchgeführten DSC und der Annahme, dass sich bei Raumklima derselbe Wassergehalt von  $x_{\text{H}_2\text{O}} = 2,1\%$  auf alle Probekörper übertragen lässt, können die Wassergehalte der einzelnen Probekörper berechnet werden.

Die Probekörper aus dem Kohlefaserverbundwerkstoff wurden aus einer  $160 \times 30 \times 5\text{mm}$  großen Platte herausgesägt und anschließend in die passende Dicke und Form geschliffen. Dabei wurde darauf geachtet, dass die Fasern möglichst genau in die gewünschte Richtung ausgerichtet waren und kein schräges Sägen oder Schleifen eine schräge Faserorientierung bewirken konnte.

### 2.5.2. DSC Kalibrierung

Um eine Kalibrierung des DSC-Messgerätes für die geplante Versuchsdurchführung zu ermöglichen, wurde eine Basislinie erstellt. Diese erfolgte ohne Mess- und Referenztiegel und wurde in einem, für die nachfolgenden Messungen gebrauchten Temperaturintervall von -10°C bis 50°C und einer Steigung von 0,5K/min durchgeführt. Mit der daraus ermittelten Steigung der Basislinie wurde die Kalibrierung gestartet. Dafür wurde Indium in einen Messtiegel eingewogen und anschließend von 140°C bis 180°C mit einer Steigung von 0,5K/min erhitzt. Durch den bekannten Schmelzpunkt des Indiums von  $T_m = 156,61^\circ\text{C}$  [52] und den gemessenen Schmelzpeak ließen sich somit die Kalibrierparameter, Peaksteigung und Zellkonstante bestimmen.

### 2.5.3. DSC Referenzkurven

Nachdem die Wärmeleitfähigkeitsbestimmung mittels DSC auf einem Vergleich von einer Messung mit Probekörper und einer Messung ohne beruht, wurde eine Referenzkurve erstellt, mit welcher die nachfolgenden Messungen verglichen werden können. Als Schmelzsubstanz wurde eine Menge von 50-100 mg an reinem Gallium genommen, da Gallium einen mit  $T_m = 29,78^\circ\text{C}$  [53] niedrigen und genau definierten Schmelzpunkt aufweist und somit einen Schmelzpeak generiert, ohne Veränderungen in den Probekörpern zu riskieren. Das Temperaturprogramm wurde aus der Norm entnommen und auf Gallium angewendet, wie in Tabelle 5 dargestellt, wobei bei erstmaliger Messung einer Gallium-Menge davor auf  $T = 50^\circ\text{C}$  erhitzt und zehn Minuten gehalten wurde, um das Gallium vollständig aufzuschmelzen und eine gleichmäßige Verteilung im Tiegel zu erreichen. Die Tiegel- sowie die Galliummassen wurden vor der Messung ermittelt und das Podest für den Messtiegel mit einer dünnen Schicht Silikonöl bestrichen, um eine gleichmäßige Wärmeleitung über den Tiegelboden zu gewährleisten.

Tabelle 5: DSC: Temperaturprogramm für Referenz- und Messkurve

Steigung	Temperaturintervall
-10K/min	30°C bis -10°C
5min isotherm	-10°C
10K/min	-10°C bis 20°C
5K/min	20°C bis 26°C
2min isotherm	26°C
0,5K/min	26°C bis 40°C
-5K/min	40°C bis -10°C

Aus dem Steigungsvergleich des gemessenen Wärmestroms aufgetragen über die Temperatur ließen sich somit nach Gleichung 1 die Wärmeleitfähigkeiten ermitteln. Um eine mögliche Legierungsbildung des Aluminiumtiegels mit dem Gallium auszuschließen, wurde die Referenzkurve nach 5 bis 6 Messungen erneut aufgenommen und mit der vorherigen verglichen.

Der Referenztiegel sowie der Messtiegel wurden vor der Messdurchführung gewogen und der Messtiegel wurde mit einer gleichmäßigen und durchgängigen Beschichtung von Permanentmarker überzogen, da bei Kontakt von Gallium und Aluminium eine Legierung entsteht, die durch ein Aufbringen von sehr geringen Kräften bereits versprödet und in kleine Körner zerfällt. Das Gallium kann durch einen ähnlichen Ionenradius wie Aluminium bei dieser Legierungsbildung in die Kristallstruktur zwischen die Körner des Aluminiums eindringen und die Stabilität dadurch stark minimieren [53].

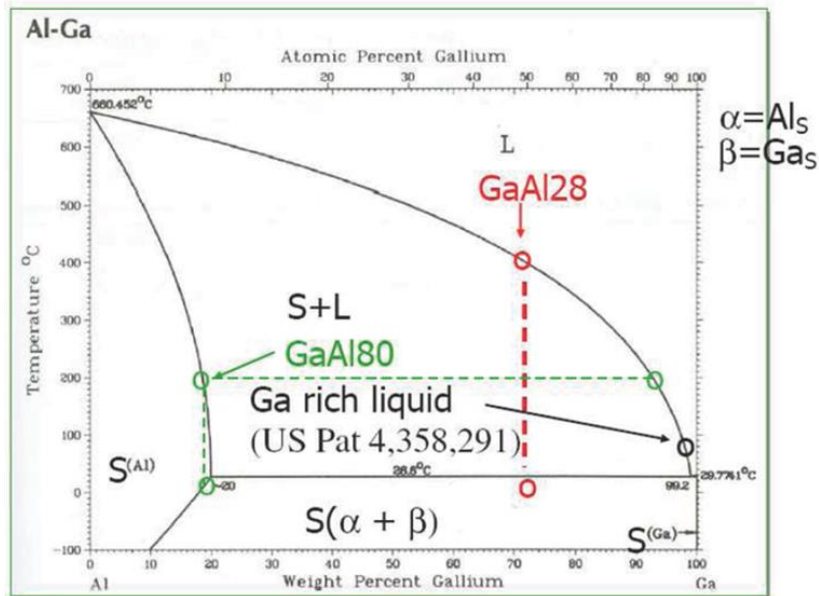


Abbildung 17: Aluminium-Gallium Phasendiagramm

Das Phasendiagramm in Abbildung 17 zeigt, dass bei Temperaturen über dem Schmelzpunkt des Galliums Legierungen entstehen, wenn mindestens 20wt% Gallium vorhanden sind. Sollten diese beiden Materialien durch ein Fehlen oder Beschädigen der Schutzschicht in Kontakt miteinander treten, ist die Legierungsbildung somit unausweichlich, da an der Kontaktfläche zu gleichen Teilen Aluminium und Gallium vorhanden sind. Obwohl die Messtiegel mit Aluminium nie Temperaturen höher als 50°C ausgesetzt werden, reicht das für die Legierungsbildung von GaAl und erzwingt somit ein Verwerfen des Messtiegels.

#### 2.5.4. DSC Versuchsdurchführung

Die Messungen mit Probekörpern wurden unter denselben thermischen Bedingungen wie jene der Referenzkurven durchgeführt, um eine Vergleichbarkeit der Steigungen zu ermöglichen. Auf diese Weise wurden mindestens fünf Probekörper pro Material und Dicke gemessen. Folglich wurde der

Mittelwert berechnet und als Ergebnis definiert [27]. Um einen durchgängigen Kontakt über die gesamte Oberfläche der beiden Grundflächen des Probekörpers zu garantieren und allfällige Ungleichheiten der Oberflächen auszugleichen, wurden sowohl das Podest als auch die Oberseite des Probekörpers mit Silikonöl mit einer dynamischen Viskosität von  $\mu = 350 \text{ mPa}\cdot\text{s}$  bestrichen.

Aus dem Schmelzpeak des Galliums bei ca.  $30^\circ\text{C}$  bei einem Auftragen des Wärmestroms über die Temperatur konnte dann die Steigung ermittelt und anschließend mit der Referenzkurve verglichen werden. Die Höhen und Durchmesser der Probekörper wurden gemessen und ihre Werte sowie die Steigungen in Gleichung (1) eingesetzt, schließlich wurden die Wärmeleitfähigkeiten berechnet [27].

## 2.6. MDSC

### 2.6.1. MDSC Probekörpervorbereitung

Für die Durchführung der Wärmeleitfähigkeitsbestimmung mittels MDSC nach ASTM-Norm [29] wurden pro Messung je zwei Probekörper benötigt. Beide sollten einen Durchmesser von  $d = 6,3 \pm 0,2 \text{ mm}$  und Höhen von jeweils  $h = 0,4 \text{ mm}$  beziehungsweise  $h = 3,5 \text{ mm}$  aufweisen. Für die dünneren Scheiben wurden ausgestanzte Probekörper aus 2.5.1 auf eine Höhe von  $h = 0,5 \text{ mm}$  auf  $h = 0,4 \text{ mm}$  hinuntergeschliffen. Für die dickeren Probekörper wurden eigene Platten mit gewünschten Dicken von  $d = 3,5 \text{ mm}$  mit der Heißpresse hergestellt und, aufgrund eines Nichtvorhandenseins eines Stanzeisens mit einem Durchmesser von  $d = 6,3 \text{ mm}$ , wurde ein Durchmesser von  $d = 6 \text{ mm}$  gewählt. Die Oberflächen wurden vor der Durchführung der Messungen mit einem P1000 Schleifpapier geschliffen, um eine möglichst geringe Oberflächenrauigkeit zu garantieren und die passende Probekörpergeometrie zu erreichen.

### 2.6.2. MDSC Kalibrierung

Die Kalibrierung der MDSC erfolgte im Gegensatz zur linearen DSC in zwei Schritten, da hier zuerst das Messgerät auf die gewünschte Temperatursteigung von  $1 \text{ K/min}$  und anschließend auf das gewünschte modulierte Temperaturprofil kalibriert wurde. Ersteres erfolgte mit  $6,71 \text{ mg}$  Indium, das flach gedrückt und mit einem Deckel verschlossen bei einer linearen Heizrate von  $1 \text{ K/min}$  von  $151\text{-}159^\circ\text{C}$  erhitzt wurde, um über den bekannten Schmelzpunkt des Indiums von  $156,61^\circ\text{C}$  [52] die Temperatur und den Wärmefluss kalibrieren zu können. Im zweiten Schritt wurde die modulierte Heizrate in einem Temperaturbereich von  $25\text{-}30^\circ\text{C}$  mit einer Amplitude von  $\pm 0,5 \text{ K}$  und einer Periode von  $P = 80 \text{ s}$  mit einer  $22,18 \text{ mg}$  Saphir Scheibe in einem verschlossenen Tiegel durchgeführt, um die Wärmekapazität zu kalibrieren.

Über eine Polystyrolscheibe mit einem Durchmesser von  $d = 5 \text{ mm}$ , einer Höhe von  $h = 0,4 \text{ mm}$  und einer Masse von  $m = 8,5 \text{ mg}$ , die in einem Aluminiumtiegel mit Deckel eingeschlossen wurde, wurden Referenzwerte der spezifischen Wärmekapazität der Polystyrolscheibe durch den Vergleich von 15 durchgeführten Messungen ermittelt, um die Reproduzierbarkeit zu überprüfen. Aus diesen Wärmekapazitäten des Polystyrols und der aus der Wärmeleitfähigkeitstabelle der ASTM Norm [29] bei einer Temperatur von  $T = 27^\circ\text{C}$  ausgelesenen Referenzwärmeleitfähigkeit von  $\lambda_r = 0,1539 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  konnte somit für jede Messung die Kalibrierkonstante ( $D$ ) berechnet werden.

### 2.6.3. MDSC Versuchsdurchführung

Die Probekörper mit  $h = 0,4 \text{ mm}$  wurden in einem Messtiegel mit Deckel verschlossen und über den Autosampler des Messgeräts gegen einen leeren Referenztiegel gemessen. Für die dickeren Probekörper mit  $h = 3,5 \text{ mm}$  wurden Aluminiumscheiben mit  $d = 5 \text{ mm}$  mit Silikonöl benetzt, auf beide



Podeste der Messzelle gelegt und der ebenfalls mit Silikonöl benetzte Probekörper auf einer der Scheiben platziert.

Die Probekörper wurden anschließend einem Temperaturprogramm unterzogen, das nach Einstellung einer Temperatur von  $T = 29^{\circ}\text{C}$  bei einer Periode von  $P = 80\text{s}$  und einer Amplitude von  $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$  für 15 Minuten die Temperatur moduliert. Nachdem die ersten Testmessungen einen chronologischen Anstieg in den gemessenen Wärmekapazitäten über den Tagesverlauf verzeichnet haben, wurden die nachfolgenden Messungen jeweils anschließend an eine Messung des Kalibriermaterials Polystyrol durchgeführt. Jedes Material wurde mehrere Male inklusive Polystyrol-Referenz gemessen, um eine Reproduzierbarkeit zu gewährleisten, beziehungsweise repräsentative Mittelwerte zu ermitteln.

## 2.7. Thermografie

Um die Wärmeleitfähigkeit mittels Thermografie zu bestimmen, wurde ein Versuchsaufbau und -ablauf definiert, der die Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit des Temperaturverhaltens über die Zeit bei gleicher Wärmezufuhr im Vergleich zu zwei Referenzmaterialien bekannter Wärmeleitfähigkeit bestimmen soll.

Dafür wurde die Heizplatte eines Mikroskopheiztisches mit einer Scheibe geschäumten Kunststoffdämmmaterials aus Polyurethan-Hartschaum  $\lambda = 0,023 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  mit einer Geometrie von  $h = 10\text{mm}$  und  $d = 25\text{mm}$  bedeckt. Aus dieser Deckscheibe wurden drei Löcher ausgestanzt, die mit  $d = 5\text{mm}$  und gleichem Abstand zueinander und zum Außenrand eingebracht wurden. Diese Löcher wurden im Rahmen der Versuchsreihe mit zwei Referenzmaterialien bekannter Wärmeleitfähigkeit und einem Probekörper unbekannter Wärmeleitfähigkeit, allesamt mit den Maßen  $d = 5\text{mm}$  und  $h = 2\text{mm}$ , befüllt.

Zuerst wurde der Messaufbau mit je einem Probekörper mit  $h = 2\text{mm}$  durchgeführt, wobei die dadurch erreichten Zeitdifferenzen aufgrund des kurzen Weges nicht ausreichend differenziert waren und somit auf einer Höhe von  $h = 8\text{mm}$  vier aufeinandergestapelte mit Silikonöl benetzte Probekörper pro Loch eingesetzt wurden. Als Referenzmaterialien wurden reines Aluminium mit  $\lambda = 210\text{-}232 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  [54] und Polystyrol mit  $\lambda = 0,17 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  [37] gewählt, wobei das Aluminium nach ersten Probemessungen mit PE-HD als Referenzmaterial ersetzt wurde, da die geplante lineare Interpolation bei Probekörpern mit derartig unterschiedlichen Referenzwerten eine zu hohe Ungenauigkeit aufzeigt.

Der Versuchsaufbau und die Probekörperpräparation ist in Abbildung 18 zu sehen. In einem Abstand von  $25\text{cm}$  oberhalb der Probekörper wurde die Thermografiekamera an einem Stativ angebracht und auf die Probekörper scharfgestellt. Die Unterseiten der Probekörper wurden mit Silikonöl benetzt, um etwaige Oberflächenrauigkeiten auszugleichen und einen Wärmeübergang über die gesamte Grundfläche zu garantieren. Außerdem wurden die Oberflächen der obersten Probekörper mit schwarzem Permanentmarker beschichtet, um einen gleichen Emissionsfaktor der einzelnen Komponenten zu gewährleisten. Dies ist notwendig, da der Emissionsgrad von reinem Aluminium, vorausgesetzt das Aluminium ist nicht oxidiert, bei  $\epsilon = 0,09$  und jener der Kunststoffe, je nach opaken oder transparenten Eigenschaften, bei  $\epsilon = 0,8\text{-}0,95$  liegt, wie beispielsweise von PP oder PE bei  $\epsilon = 0,94$  [55]. Ohne diese Beschichtungen wurden bedeutend unterschiedliche Temperaturen der einzelnen Materialien bei Raumtemperatur detektiert. Um ein Spiegeln auf dieser Oberfläche auszuschließen, wurde darauf geachtet, unter rein natürlichem Licht und möglichst gleichen Lichtbedingungen zu messen.

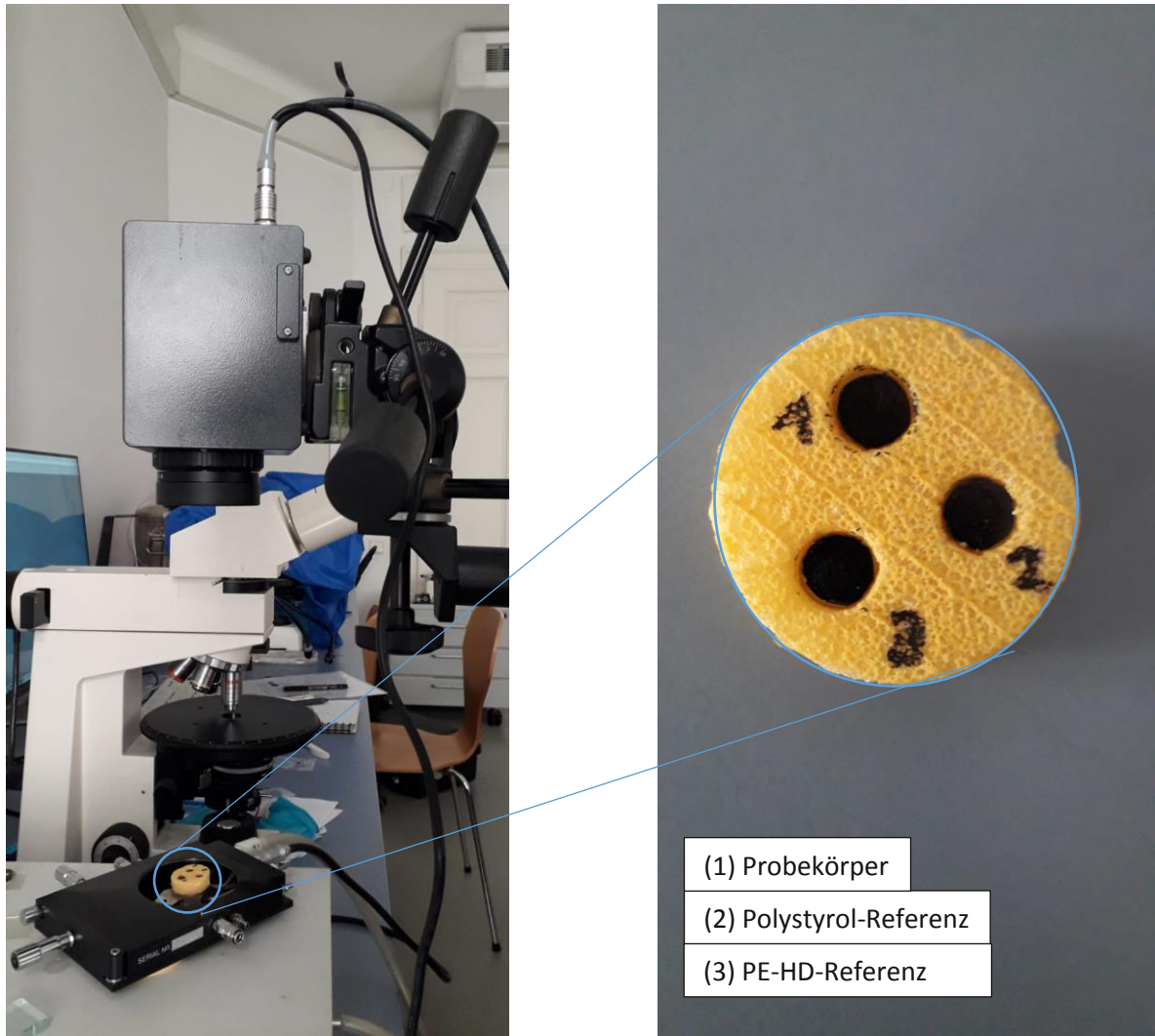


Abbildung 18: Thermografie: Versuchsaufbau zur Wärmeleitfähigkeitsbestimmung

Zur Nachahmung eines Temperaturimpulses, ähnlich jenem der Laser Flash Analyse, um den ersten Temperaturanstieg zu detektieren, wurde eine schnelle Erhitzung des Heitztisches mit 60 K/min von 25°C auf 70°C durchgeführt und anschließend für eine Minute auf  $T = 70^\circ\text{C}$  gehalten. Nachdem durch gewisse Schwankungen in der gemessenen Temperatur ein erstes Anschlagen des Temperaturanstiegs schwer zu detektieren ist, wurden anstatt dessen durch eine durchgängige Beobachtung die benötigten Zeitintervalle für eine Temperatursteigerung von 1°C, 3°C und 5°C gemessen und anschließend über die Zeitintervalle der Referenzmaterialien linear interpoliert, um auf die unbekannte Wärmeleitfähigkeit rückzuschließen.

Als Folge der Auswertung der ersten Messreihe mit PS und PE-HD als Referenzmaterialien wurden für eine zweite Messreihe eigene Referenzprobekörper erstellt. Diese Probekörper sollten eine möglichst gleiche Abstufung in ihrer Wärmeleitfähigkeit in einem Bereich von  $\lambda = 0,15 - 0,45 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  aufweisen, um eine Interpolation innerhalb engerer Intervalle der Referenzwerte zu ermöglichen. Dafür wurden

Polystyrol Massenanteile von 5%, 10%, 15%, 20%, 25% und 30% an Kreidepulver mit einer hellblauen Eigenfärbung und  $\lambda = 0,92 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  als Füllstoff zugesetzt.

Die zugesetzten Mengen an Kreidepulver wurden mittels Extrusion in einem Doppelschneckenextruder bei  $T = 200^\circ\text{C}$  und 100 U/min dem Polystyrol zugesetzt, die extrudierten Stränge wurden gemahlen und anschließend mittels Heißpresse in die in Abbildung 19 zu sehenden Platten gepresst. Nach einmaligem Pressen war die Homogenisierung, die durch die Farbindikation des Kreidepulvers optisch zu beurteilen ist, nicht zufriedenstellend. Somit wurden die Platten in Teile geschnitten, diese gestapelt und mehrmals erneut gepresst bis eine Homogenisierung zu erkennen war.

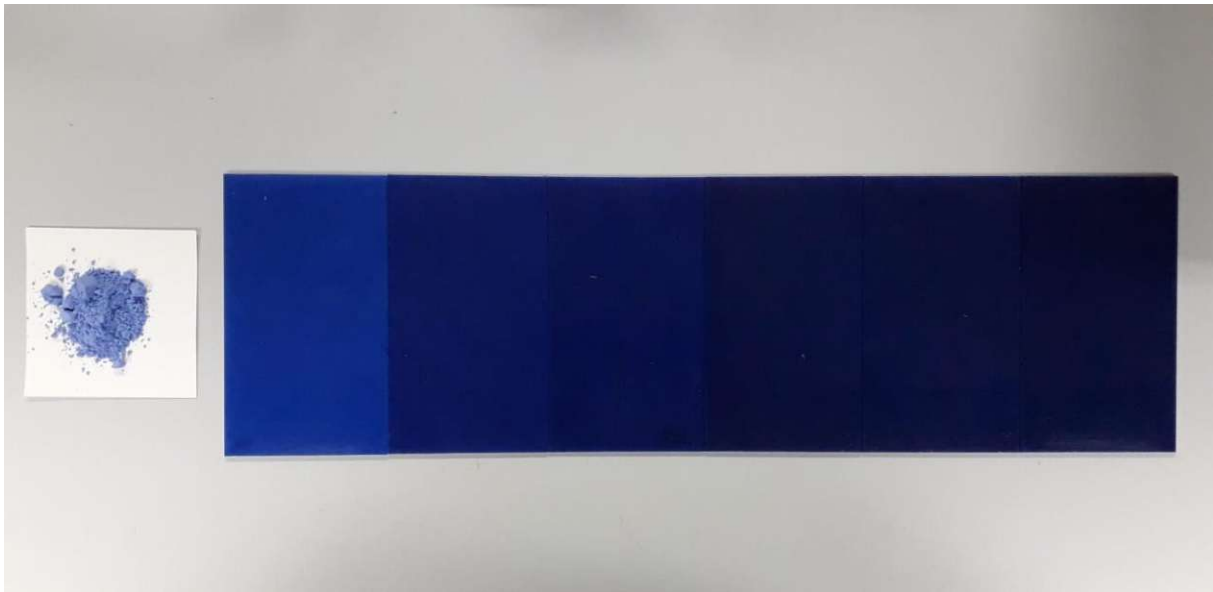


Abbildung 19: Thermografie: Polystyrolplatten mit steigendem Kreidepulvergehalt von 5% (links) bis 30% (rechts)

Aus den gepressten Platten wurden Probekörper mit  $h = 2\text{mm}$  und  $d = 5\text{mm}$  ausgeschnitten und geschliffen, nachdem der spröde Charakter des Polystyrols beim Stanzprozess häufig zu Brüchen der Probekörper geführt hat.

### 3. Ergebnisse und Diskussion

#### 3.1. Referenzwerte – Laser Flash Analyse

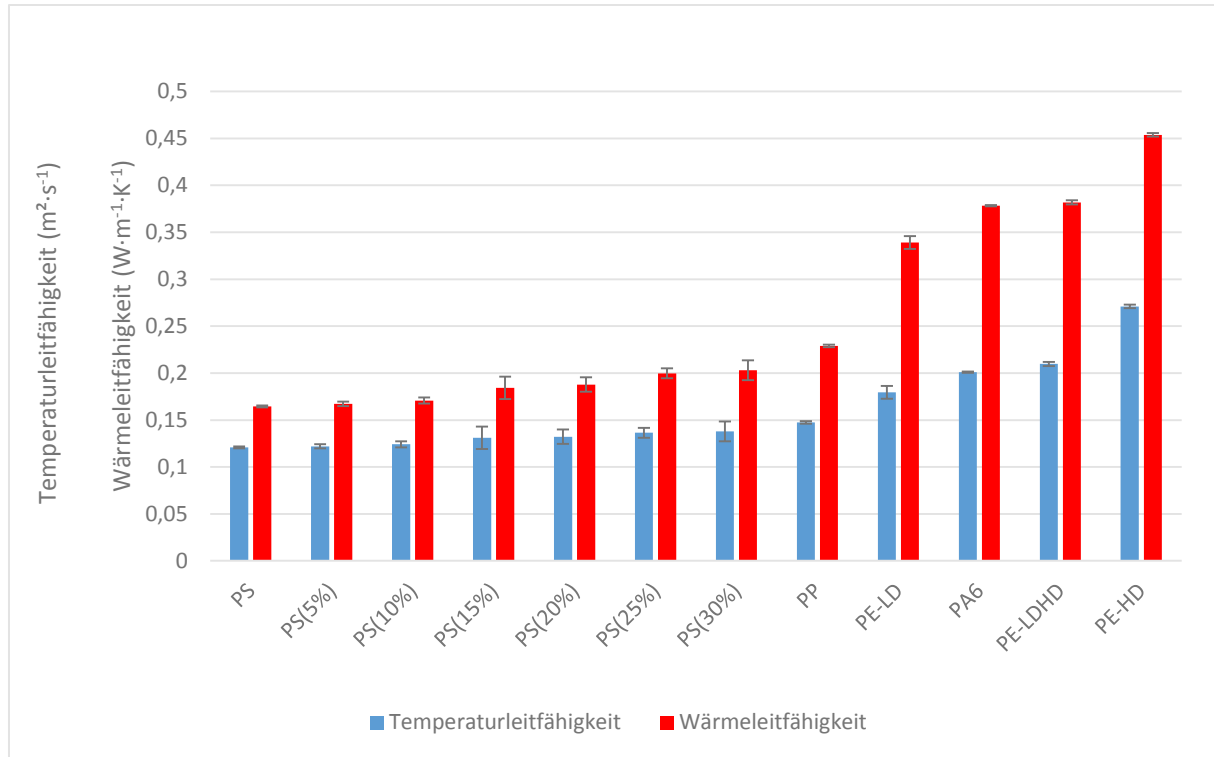


Abbildung 20: LFA: gemessene Temperaturleitfähigkeiten und errechnete Wärmeleitfähigkeiten

Die durch Laser Flash Analyse ermittelten Temperaturleitfähigkeiten in Abbildung 20 weisen im Vergleich mit den daraus errechneten Wärmeleitfähigkeiten die gleiche Größenreihenfolge auf. Durch die Umrechnungen über die Dichten sowie die Wärmekapazitäten lässt sich allerdings sagen, dass die Temperaturleitfähigkeiten zweier Materialien nicht im gleichen Verhältnis zueinanderstehen wie ihre Wärmeleitfähigkeiten. Die Standardabweichungen der Temperaturleitfähigkeiten wurden aus den fünf Einzelmessungen der Laser Flash Analyse ermittelt und auf die errechneten Wärmeleitfähigkeiten übertragen, auch wenn die Dichte-, und Wärmekapazitätsmessungen ebenfalls nicht berücksichtigte Messungenaugigkeiten besitzen. Trotz dieser möglichen Abweichungen werden die ermittelten Wärmeleitfähigkeiten in weiterer Folge als gegebene Referenzen angenommen.

Die Wärmeleitfähigkeiten der erstellten Polystyrol-Kreide Mischungen fallen allesamt geringer als die des Polypropylens aus und verfehlen damit ihren Zweck als Referenzmaterialien über den Bereich von  $\lambda = 0,16-0,45 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  für die Thermografie zu dienen. Aus den ermittelten Dichten der Mischungen lässt sich bereits sagen, dass nicht die gesamte, sondern nur grob die Hälfte der zum Extrudieren beigemischten Menge an Kreidepulver in die Mischung übergegangen ist. Durch das starke Haften des Kreidepulvers an glatten Oberflächen ist ein Teil davon im Extruder hängengeblieben, der auch durch die lange andauernde Blaufärbung des Reinigungsgranulats beim anschließenden Spülvorgang

nachzuweisen ist. Außerdem ist eine einfache Berechnung der Wärmeleitfähigkeit einer Mischung AB durch das zusammensetzen von

$$\lambda_{AB} = x \cdot \lambda_A + (1 - x) \cdot \lambda_B$$

nicht möglich, da nach dem Prinzip der Perkolations-theorie die Wärmeleitfähigkeit der Matrix bei einem Füllstoffgehalt  $\leq 30\%$  dominiert und es nur zu einem geringfügigen Anstieg der Gesamtleitfähigkeit der Mischung kommt.

### 3.2.DSC

Bevor die Messungen gestartet wurden, wurden die Einflussfaktoren der Anwesenheit von Silikonöl und der Beschichtung des Tiegels bei den Kalibrierungen ermittelt. Im Falle der ermittelten Basislinien haben sich die Ergebnisse nicht geändert, wodurch Einflüsse darauf ausgeschlossen werden konnten. In Tabelle 6 ist zu sehen, wie sich die Einflüsse auf die Kalibriergeraden und damit die Kalibrierparameter abbilden.

Tabelle 6: DSC: Kalibriergerade mit variierenden Parametern

	Indiummasse (mg)	Zellenkonstante	Steigung (mW·K <sup>-1</sup> )	Tiegel	Silikonöl
Kalibriergerade 1	6,77	0,8677	45,49	unbeschichtet	Nein
Kalibriergerade 2	10,66	0,8924	43,18	beschichtet	Nein
Kalibriergerade 3	10,66	0,8602	65,27	beschichtet	Ja

Aus Tabelle 6 lässt sich schließen, dass die Beschichtung bei der Kalibriergerade ebenfalls keinen signifikanten Einfluss auf den zustande kommenden Wärmefluss hat. Die Verwendung von kleinen Mengen an Silikonöl als Kontaktschicht liefert allerdings für die Kalibriergerade eine um einen Faktor 1,5 höhere Steigung und wirkt sich somit stark auf die Kalibrierparameter aus, wodurch die Zellkonstante von 0,8602 und die Kalibriersteigung von 65,27 mW·K<sup>-1</sup> bei einer Temperatursteigung von 0,5K/min übernommen wird.

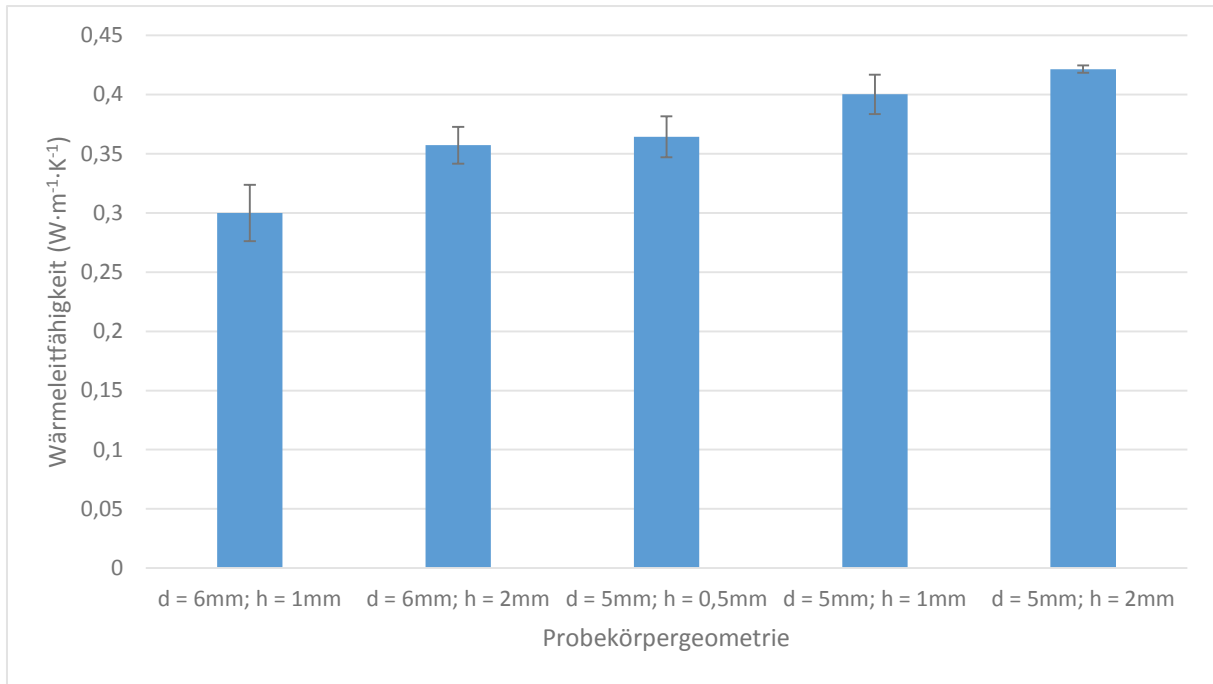


Abbildung 21: DSC: Wärmeleitfähigkeit von PE-HD nach Probekörpergeometrie

Am Beispiel von Abbildung 21 und PE-HD lässt sich der Einfluss der Probekörpergeometrie auf die Wärmeleitfähigkeit zeigen. Außerdem ist zu erkennen, dass die Probekörper der ersten Messreihe mit einem Durchmesser gleich dem Tiegeldurchmesser von  $d = 6\text{mm}$  bei weitem zu niedrige Werte liefern und daher in nachfolgenden Auswertungen nicht mehr in Betracht gezogen werden.

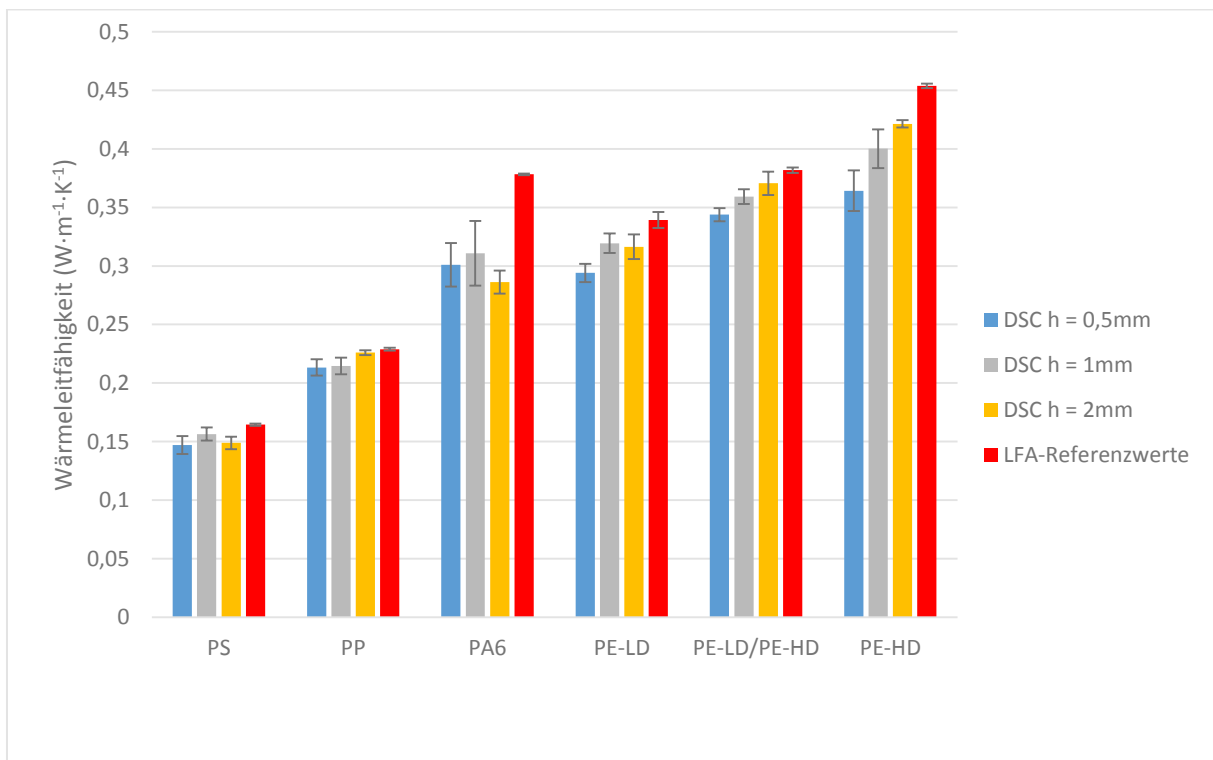


Abbildung 22: DSC: Wärmeleitfähigkeiten nach Probekörperhöhe mit  $d = 5\text{mm}$  und Material im Vergleich mit den LFA Referenzwerten



In Abbildung 22 sind die gemittelten Messergebnisse der fünf Messungen pro Probekörpergeometrie und Material dargestellt und es ist ein deutlicher Zusammenhang zwischen der Probekörperhöhe und der Richtigkeit der errechneten Wärmeleitfähigkeiten festzustellen. Ausgenommen von den folgenden Vergleichen ist Polyamid 6, welches aufgrund von stark abweichenden Ergebnissen zu den Referenzwerten und hohen Abweichungen der Einzelmessungen für die restlichen Materialien nicht repräsentativ ist.

Es ist zu erkennen, dass jegliche über DSC bestimmte Wärmeleitfähigkeiten geringer ausfallen als jene über Laser Flash Analyse ermittelten Referenzwerte. Die Abweichungen sind im Mittel für Probekörper mit einer Höhe von  $h = 2\text{mm}$  mit im Mittel  $0,017 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  am geringsten, gefolgt von  $0,024 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  bei  $h = 1\text{mm}$  und  $0,0041 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  bei  $h = 0,5\text{mm}$ . Auch die gemittelte Standardabweichung fällt bei  $h = 2\text{mm}$  mit  $0,0068$  am geringsten aus ( $h = 1\text{mm}$ :  $0,0119$ ;  $h = 0,5\text{mm}$ :  $0,01206$ ).

### 3.2.1. Einflussfaktoren

#### 3.2.1.1. Geometrie

Die Wärmeleitfähigkeiten der Probekörper, die sich in ihrem Durchmesser an die Angaben der Norm von  $d = 6\text{mm}$  gehalten haben, haben die bedeutend höchsten Abweichungen zu den Referenzwerten aufgewiesen. Wobei die Höhe der Abweichung mit der Höhe der Wärmeleitfähigkeit angestiegen ist. In Abbildung 23 ist die Problematik der Probekörper mit größeren Durchmessern als das Messpodest verbildlicht und es wird gezeigt, dass der Wärmefluss, welcher durch die jeweils äußersten  $0,5\text{mm}$  der Grundfläche nach unten geht, nicht vom Wärmesensor detektiert werden kann. Dadurch wird eine geringere Steigung des Galliumschmelzpeaks erlangt und es werden somit niedrigere Wärmeleitfähigkeiten errechnet.

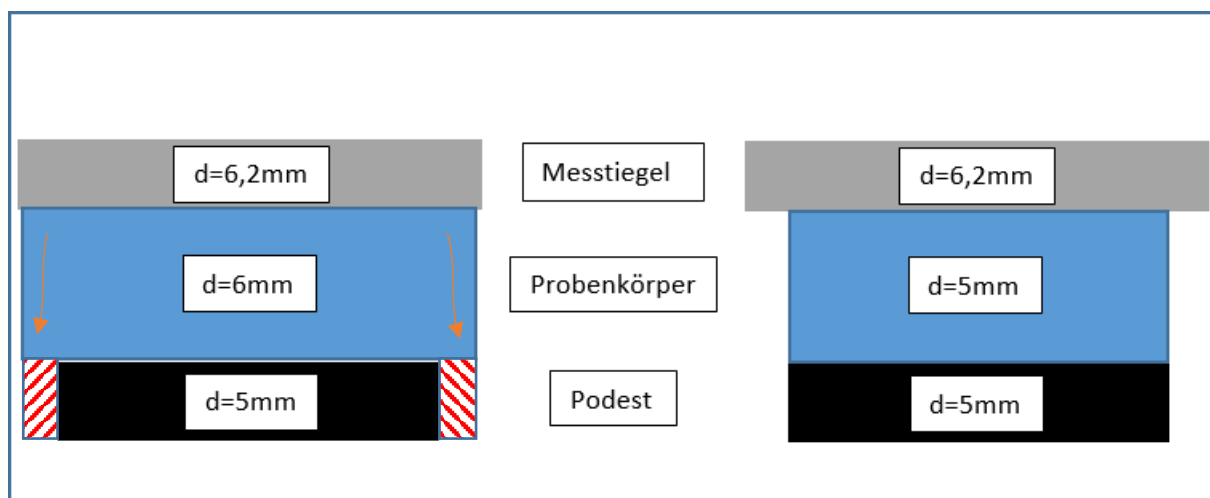


Abbildung 23: DSC: Vergleich Probekörpergeometrie mit Tiegel und Messpodest

Aus den Messwerten der Probekörper mit  $d = 5\text{mm}$  lässt sich ebenfalls ein Zusammenhang zwischen der Probekörperhöhe und der errechneten Wärmeleitfähigkeit ziehen. Bei allen gemessenen Materialien ist die Wärmeleitfähigkeit bei einer Höhe von  $h = 0,5\text{mm}$  geringer als jene bei einer von  $h = 1\text{mm}$ . Dasselbe gilt auch für  $1\text{mm}$  und  $2\text{mm}$  wobei hierbei PS und PA6 Ausnahmen bilden. Diese Ausnahmen lassen sich aber durch andere Einflussfaktoren erklären und sind nicht unbedingt auf einen gegenteiligen Effekt zurückzuführen. So ist es bei PA6 bei der Herstellung der Platte aus der die Probekörper gestanzt wurden zu dünnen verästelten Luft einschüssen gekommen, die trotz versuchtem Vermeiden beim Stanzen eine niedrigere Wärmeleitfähigkeit erklären könnten. Bei Polystyrol wird die Ursache in der Probekörpergeometrie liegen. Durch das Stanzen der dicken Platten mit  $h = 2\text{mm}$  und den spröden Charakter des Polystyrols ist es zu Rissen und kleinen Abbröckelungen der Probekörper gekommen, weswegen die gewünschte Zylinderform und damit der ideale Wärmeübergang nicht mehr über die gesamte Oberfläche möglich war. Als Alternative dazu wurden in Folge die Probekörper aus Polystyrol aus den Platten herausgeschnitten und zurecht geschliffen, wodurch aber ebenfalls keine ideal kreisrunde Form zu erlangen ist.

Die Mantelfläche hat also einen Einfluss auf die berechnete Wärmeleitfähigkeit, geht aber nicht in die Berechnungsformel der Norm ein. Da mit erhöhter Mantelfläche die Höhe der Wärmeleitfähigkeit zu steigen scheint, wird bei einer größeren Mantelfläche mehr Wärme durch die Umgebungsbeheizung aufgenommen als über die Fläche abgestrahlt wird. Die Mantelflächen der zylindrischen Probekörper mit einem Durchmesser von  $5\text{mm}$  ergeben für  $h = 0,5\text{mm}$   $7,85\text{mm}^2$ , für  $h = 1\text{mm}$   $15,71\text{mm}^2$  und für  $h = 2\text{mm}$  je  $31,42\text{mm}^2$ . Daraus ließe sich mit einer thermischen Simulation ein Korrekturfaktor herleiten, der die über die Mantelfläche aufgenommene Wärme kompensiert.

Die konsistent etwas niedrigeren Wärmeleitfähigkeiten der DSC lassen sich zu einem Teil auf den Durchmesser zurückführen. Obwohl ein Stanzeisen mit  $d = 5\text{mm}$  gewählt wurde, weisen die Probekörper im Schnitt einen Durchmesser von  $d = 5,055\text{mm}$  auf und bringen hiermit wieder in geringem Maße die Problematik zum Vorschein, die bei Probekörper mit  $d = 6\text{mm}$  aufgetaucht ist. Durch den geringen Flächenunterschied gehen Teile der Wärme über den überhängenden Rand verloren und die Wärmeleitfähigkeiten fallen geringer aus. Nimmt man an, dass die Flächendifferenz von  $d = 5\text{mm}$  zu  $d = 5,055\text{mm}$  im gleichen Verhältnis einen Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit hat wie die zwischen  $d = 5\text{mm}$  und  $d = 6\text{mm}$ , dann würde das eine Abweichung von  $0,0032\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  erklären. Das wären 19% der gesamten durchschnittlichen Abweichung von  $0,017\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  für Probekörper mit einer Höhe von  $h = 2\text{mm}$ . Als Ursache für diese etwas größeren Durchmesser lässt sich das geringfügig elastische Verhalten der Kunststoffe nennen. So entsteht beim Stanzvorgang eine gewisse Stauchung, die sich nach dem Entfernen der Probekörper aus dem Stanzeisen wieder entspannt.

### 3.2.1.2. Dichte

Der Dichteinfluss auf die Wärmeleitfähigkeit ist am Beispiel von Polyethylen zu beobachten. Ausgehend von den über DSC ermittelten Ergebnissen und den über die Analysenwaage bestimmten Dichten des reinen PE-LD mit  $\rho = 0,924\text{g/cm}^3$ , des reinen PE-HD mit  $\rho = 0,953\text{g/cm}^3$  und der 50:50 Mischung mit  $\rho = 0,940\text{g/cm}^3$  können diese verglichen werden. Die Dichte der Mischung liegt nicht genau in der Mitte der Dichte der beiden Ausgangsmaterialien, was einerseits auf die imperfekte Homogenisierung durch die Extrusion und den Pressvorgang oder andererseits auf eine Veränderung des Kristallisationsverhalten der Mischung zurückgeführt werden kann.

Durch die Abhängigkeit der errechneten Wärmeleitfähigkeiten von der Probekörpergeometrie ist nur ein Vergleich der Probekörper gleicher Geometrie in Abbildung 24 möglich. Sowohl jene mit einer Höhe von  $h = 1\text{mm}$ , als auch jene mit einer Höhe von  $h = 2\text{mm}$  zeigen einen annähernd perfekt linearen, direkt proportionalen Zusammenhang zwischen der Dichte und der Wärmeleitfähigkeit. Die Abweichung bei der Messreihe mit  $h = 0,5\text{mm}$  ist höher und würde eine Dichte von  $\rho = 0,943\text{g/cm}^3$  repräsentieren und damit einen höheren Anteil an PE-HD in den aus der gepressten Platte ausgestanzten Probekörpern nahelegen. Andererseits können diese Werte auf andere DSC bezogene Messfehler zurückzuführen sein, die in 3.2.2.1 beschrieben sind und gehäuft bei Probekörpern mit  $h = 0,5\text{mm}$  auftreten.

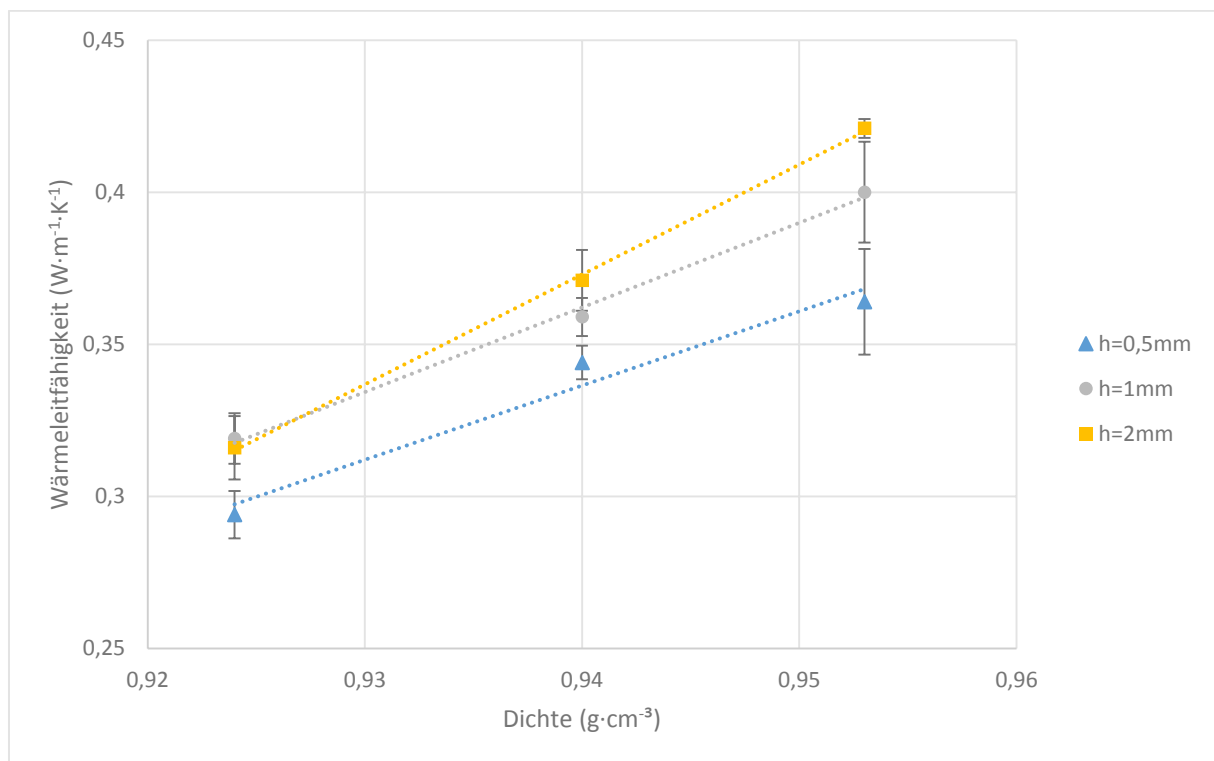


Abbildung 24: DSC: Zusammenhang von Dichte und Wärmeleitfähigkeit am Beispiel von PE

Diese Ergebnisse würden somit eine genaue Bestimmung der Dichte beziehungsweise des Mischungsverhältnisses zweier bekannter Materialien über die Wärmeleitfähigkeit erlauben und zeigen bei Probekörpern mit einer Höhe von  $h = 1\text{mm}$  und  $h = 2\text{mm}$  die vielversprechendsten Ergebnisse.

### 3.2.1.3. Wassergehalt

Aus den durch TGA ermittelten Wassergehalten und den gewogenen Massen vor Durchführung der DSC ergeben sich mittlere Wassergehalte der feuchten Probekörper, je nach Geometrie für  $h = 2\text{mm}$  von  $x_{\text{H}_2\text{O}} = 6,38\%$ , für  $h = 1\text{mm}$  von  $x_{\text{H}_2\text{O}} = 8,51\%$  und für  $h = 0,5\text{mm}$  von  $x_{\text{H}_2\text{O}} = 7,84\%$ . Diese Abweichungen lassen sich auf unterschiedliche Dauern des Einwässerns zurückführen. In Abbildung 25 sind die mittleren Wärmeleitfähigkeiten der bei Raumklima gelagerten sowie feuchten Probekörper zu sehen und bei den Geometrien von  $h = 1\text{mm}$  und  $h = 2\text{mm}$  kann eine Steigerung der Wärmeleitfähigkeit mit einer Erhöhung des Wassergehalts abgelesen werden. Die Standardabweichungen der Messreihen sind allerdings vergleichsweise hoch und können durch ihre Überschneidung so keine signifikanten Unterschiede garantieren. Die Differenz ist bei  $h = 1\text{mm}$  am höchsten, wobei bei diesen Probekörpern auch der höchste Wassergehalt bestimmt wurde. Die Probekörper mit  $h = 0,5\text{mm}$  weisen keine Steigerung auf, was auf die geringste Absolutmenge an aufgenommenem Wasser sowie auf die hohen Standardabweichungen zurückzuführen ist. Darüber hinaus wiesen die Probekörper keine gänzlich planare Oberfläche auf und bereits eine kleine Wölbung der Oberfläche kann eine komplette Auflage der Probekörper erschweren und Messergebnisse zu niedrigeren Werten verfälschen.

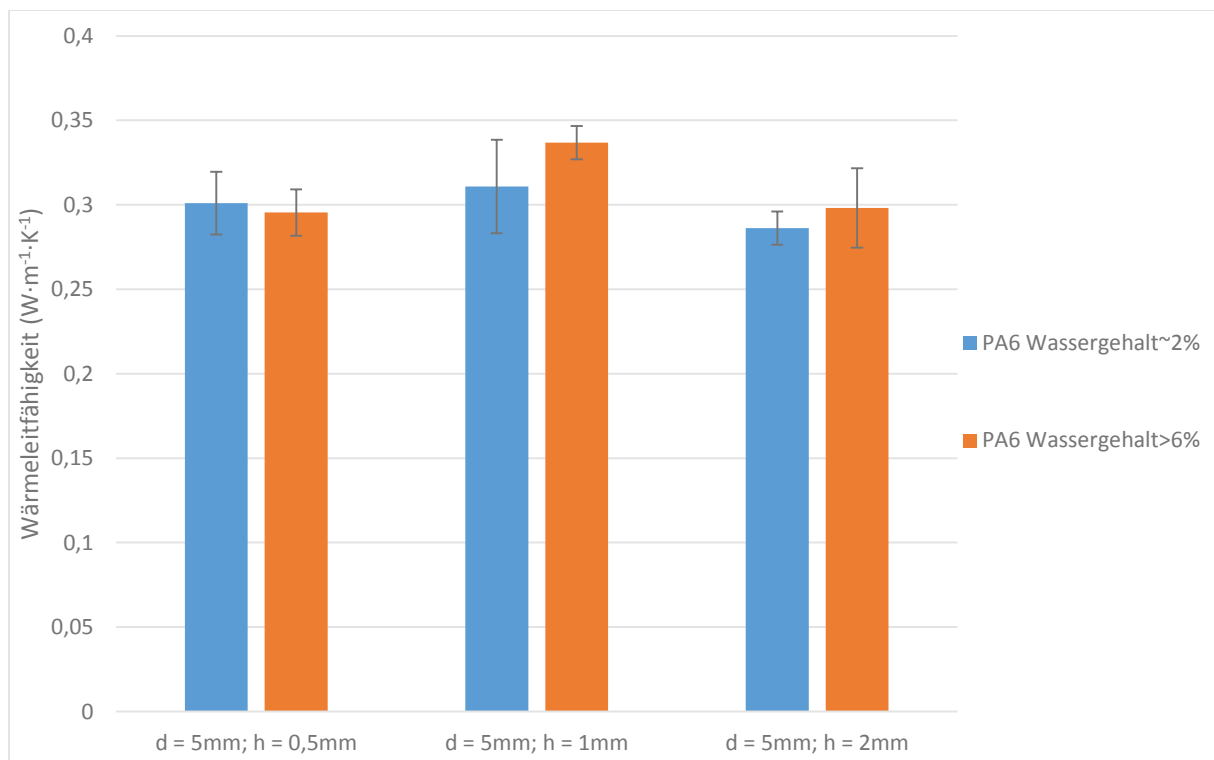


Abbildung 25: DSC: Einfluss des Wassergehalts auf die Wärmeleitfähigkeit von Polyamid 6

### 3.2.1.4. Faserorientierung

Wärmeleitfähigkeiten von Verbundwerkstoffen sind nicht einfach zu definieren, wenn die Komponenten nicht in einer homogenen Mischung vorliegen. Liegt eine Komponente unidirektional als Faser vor, entsteht somit eine Richtungsabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit. Für den untersuchten Kohlefaserverbundwerkstoff sind die Messwerte nur als Richtwerte zu betrachten, da der normativ definierte Maximalwert dieser Bestimmungsmethode mittels DSC bei  $\lambda = 1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  liegt.

Aus diesem Grund liegen die Standardabweichungen der ermittelten Wärmeleitfähigkeit bei Probekörpern mit einer vertikalen Faserrichtung in einem so hohen Bereich. Ein anderer Einflussfaktor für diese Abweichungen kann die exakte Faserorientierung sein, da die Probekörper aus dem pultrudierten Strang hinausgesägt und auf die passende Größe geschliffen wurden. Dabei ist nicht zu garantieren, dass die vertikale Faserrichtung in einem exakten  $90^\circ$  Winkel zur Grundfläche vorliegt und somit die Anzahl der über die Probekörperhöhe durchgängigen Fasern reduziert wird. Abgesehen davon, lässt sich der Zusammenhang der Faserorientierung auf die Wärmeleitfähigkeit nach aufsteigender Probekörperhöhe mit einer Erhöhung um einen Faktor von 3,78, 3,13 und 4,78 in Abbildung 26 nachweisen.

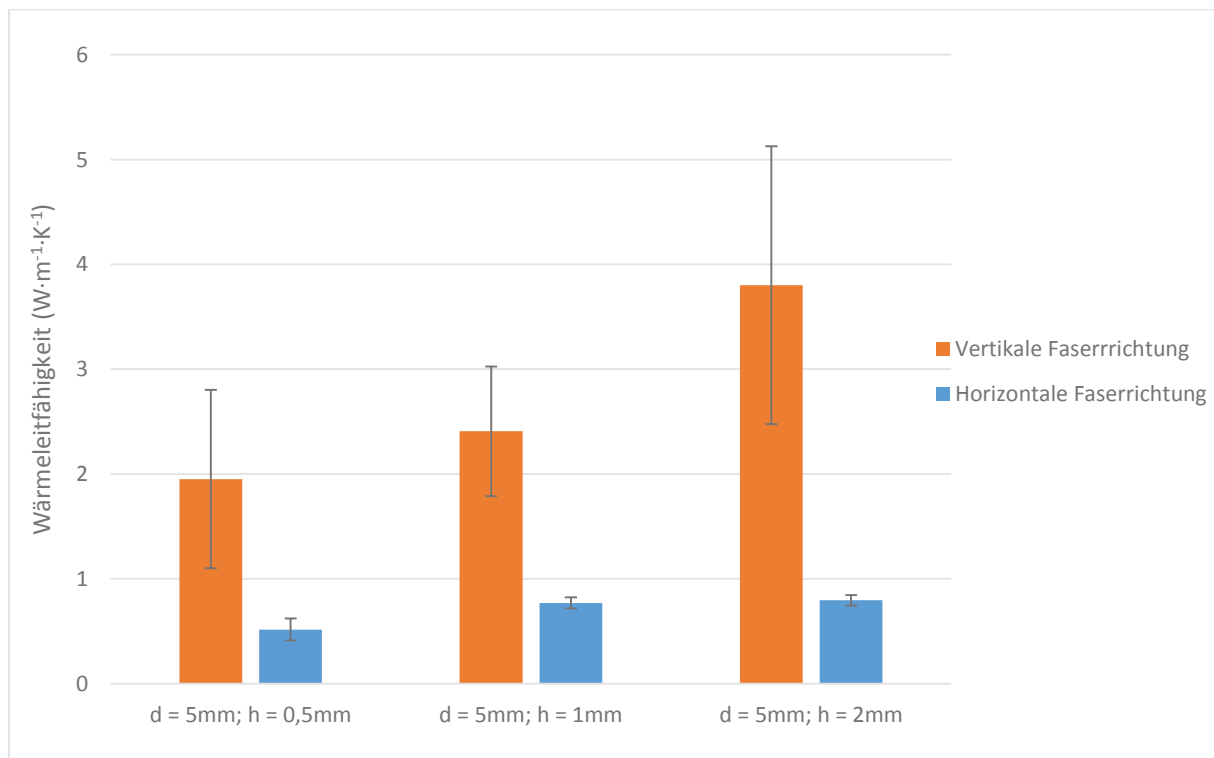


Abbildung 26: DSC: Wärmeleitfähigkeitsunterschiede nach Faserorientierung von Verbundwerkstoffen

Vergleicht man die ermittelten Werte mit jenen in 1.3.6 aus der Literatur eines Faserverbundwerkstoffes ähnlicher Zusammensetzung, zeigen sich übereinstimmende Ergebnisse. Zieht man die Werte der Probekörper mit einer Höhe von  $h = 2\text{mm}$  heran, so können senkrecht zur

Faserrichtung gemessene  $\lambda = 3,80 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  mit  $\lambda = 3,75 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  aus der Literatur und in Faserrichtung gemessene  $\lambda = 0,79 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  mit  $\lambda = 0,83 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  aus der Literatur verglichen werden. Die gemessenen Werte besitzen zwar eine sehr hohe Standardabweichung, allerdings liefert die DSC bei der passenden Probekörpergeometrie auch außerhalb des angegebenen Messbereichs passende Richtwerte und kann den Einflussfaktor der Faserrichtung reproduzierbar nachweisen. Die Unterschiede der Absolutwerte in Abhängigkeit von der Höhe der Probekörper sind durch die höhere Wärmeleitfähigkeit in Kombination mit den bereits erwähnten Phänomenen am höchsten.

### 3.2.2. Wiederholbarkeit

Die gemessene Steigung des Wärmestromes über die Temperatur, welche als Ausgangsgröße für die Berechnung agiert, weist ohne Veränderung des Versuchsaufbaus eine gute Wiederholbarkeit auf. Werden Probekörper und Messtiegel allerdings zwischen zwei durchgeführten Messungen zunächst entfernt, dann wieder eingelegt und erneut gemessen, weisen die Messwerte eine bedeutend höhere Differenz auf.

#### 3.2.2.1. Probekörperauflage

Einer der Gründe für diese Inkonsistenz ist die Auflage des Probekörpers auf dem Messpodest der DSC. Wird der Probekörper auf dem Podest beim Auflegen der Messtiegels aus der Mitte verschoben, sodass ein Teil des Podestes nicht mit dem Probekörper bedeckt ist, liefert die Messung geringere Steigungen und damit niedrigere Wärmeleitfähigkeiten. Dies ist auf die geringere Fläche zurückzuführen, über welche der Wärmestrom ausgehend vom Schmelzpeak des Galliums im Tiegel zum Wärmestromsensor im Podest gelangen kann.

Bei den meisten Probekörpern ist nur eine kleine Menge an Silikonöl notwendig, um eine gleichmäßige Auflage am Messpodest zu gewährleisten. Allerdings ist darauf zu achten, dass sich keine Lufteinschlüsse zwischen dem Podest und dem Probekörper bilden. Dieser Effekt tritt vor allem bei dünnen Probekörpern mit  $h = 0,5\text{mm}$  auf, bei denen es zu einer Wölbung beim Stanzprozess und damit zu Lufteinschlüssen kommen kann, die mit einer Erniedrigung des Wärmestroms und der Wärmeleitfähigkeit einhergehen. Bei Probekörpern mit dieser Problematik ist die Menge an Silikonöl zu erhöhen. Bei den transparenteren Materialien wie PS und PP lässt sich diese Fehlerquelle leicht ausschließen, da Lufteinschlüsse von der Oberseite gut festzustellen sind. Bei opakeren Kunststoffen wie PE, PA6 sowie einem undurchsichtigen CFK ist die Benetzung an der Unterseite wiederum schwer zu überprüfen.

### 3.2.2.2. Tiegelausrichtung

Bei der Einwaage der gewünschten Gallium-Menge wurde ein möglichst flaches Stück Gallium von einem größeren Stück mit einem Skalpell abgeschnitten und so eine Masse zwischen 60-100mg eingewogen und möglichst mittig im Messtiegel platziert. Bei der Platzierung des Messtiegels auf dem Podest oder dem Probekörper sollte immer darauf geachtet werden, dass die Ausrichtung des Tiegels gleich ausfällt, da dies sonst durch schwer vermeidbare Asymmetrien des Galliums die gemessenen Wärmeflusskurven und damit ihre Steigungen bei unterschiedlichen Platzierungen des Galliums stark beeinflusst, wie in Abbildung 27 zu sehen ist.

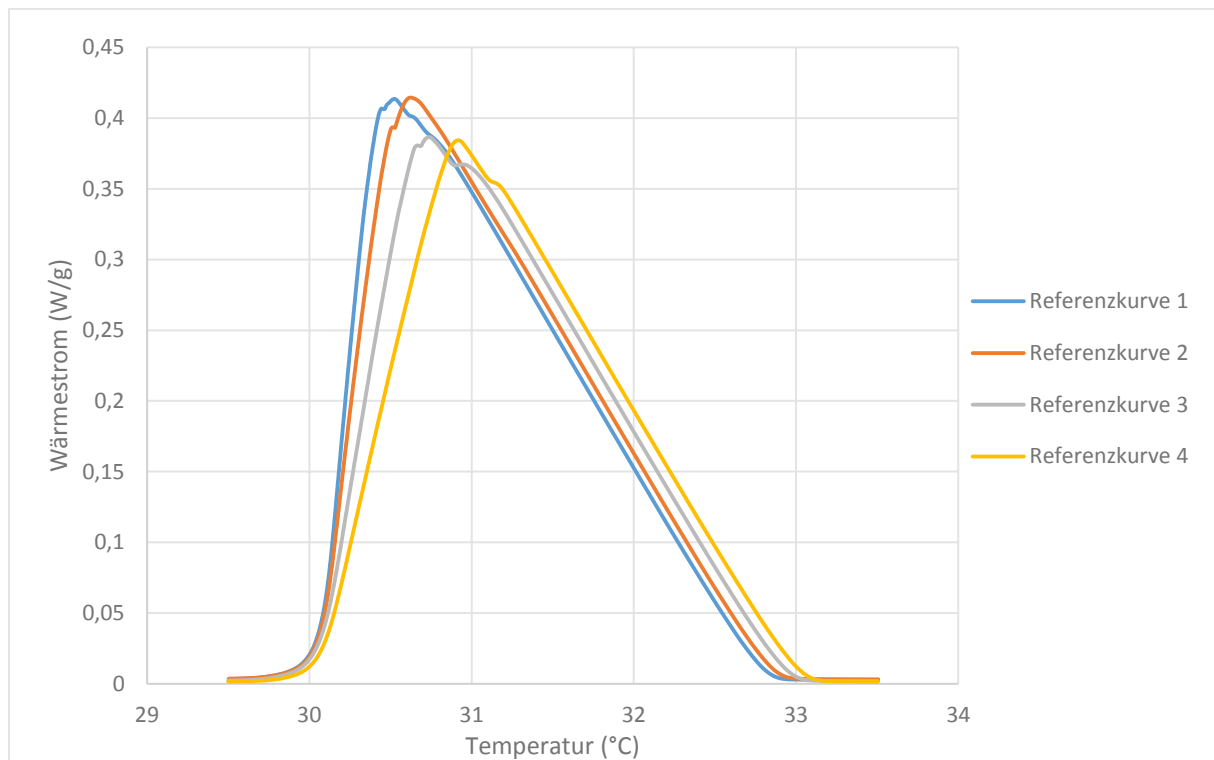


Abbildung 27: DSC: Einfluss der Tiegelausrichtung auf Gallium-Referenzkurven

Dieser Effekt wird noch vergrößert, wenn mehr als ein Galliumkorn eingewogen und auf dem Tiegel platziert werden, nachdem nur ein Korn genau zentriert auf den Tiegel gelegt werden kann. Sollte das der Fall sein, muss die Asymmetrie sowohl bei den Referenzkurven als auch den tatsächlichen Messungen mit einer gleichen Ausrichtung des Tiegels beibehalten werden, da ansonsten die gewünschte Wiederholbarkeit nur schwer gewährleistet ist.

Eine weitere Überlegung wäre, das Gallium vor der Einwaage in kleine Körner zu zermahlen, um so eine homogenere Verteilung des Galliums am Tiegelboden zu ermöglichen. Allerdings würde dieses gekörnte Gallium nach einigen Messungen zu einem größeren Gebilde zusammenschmelzen. Außerdem würde bei Betrachtung der Differenz des Durchmessers von Tiegelboden und Probekörper die Möglichkeit bestehen, Teile des Galliums auf dem nicht aufliegenden äußeren Rand des Tiegels zu



platzieren. Nachdem die Steigungen der Schmelzpeaks auf die gesamte eingewogene Gallium-Masse bezogen ist, würde die am äußeren Rand liegende Menge nicht vollständig in den gemessenen Wärmestrom einhergehen und die Ergebnisse verfälschen.

### 3.2.2.3. Kristallisationskurven

Der Temperaturverlauf der Messungen wurde so gewählt, dass nach dem Erhitzen über die Schmelztemperatur des Galliums auf  $T = -10^{\circ}\text{C}$  abgekühlt worden ist, um das geschmolzene Gallium wieder zu kristallisieren. Dieser Vorgang der Kristallisation hat, wie die entgegengesetzte Phasenumwandlung beim Aufschmelzen, einen Einfluss auf die detektierten Wärmeströme. Diese Wärmeströme weisen allerdings bei Messungen unter gleichen Bedingungen sehr unterschiedliche Kurven auf.

In Abbildung 28 ist am Beispiel von PE-LD zu sehen, dass die Kristallisationskurven im Gegensatz zu den Schmelzpeaks von Probekörpern des gleichen Materials sowie der gleichen Geometrie erhebliche Unterschiede aufweisen können.

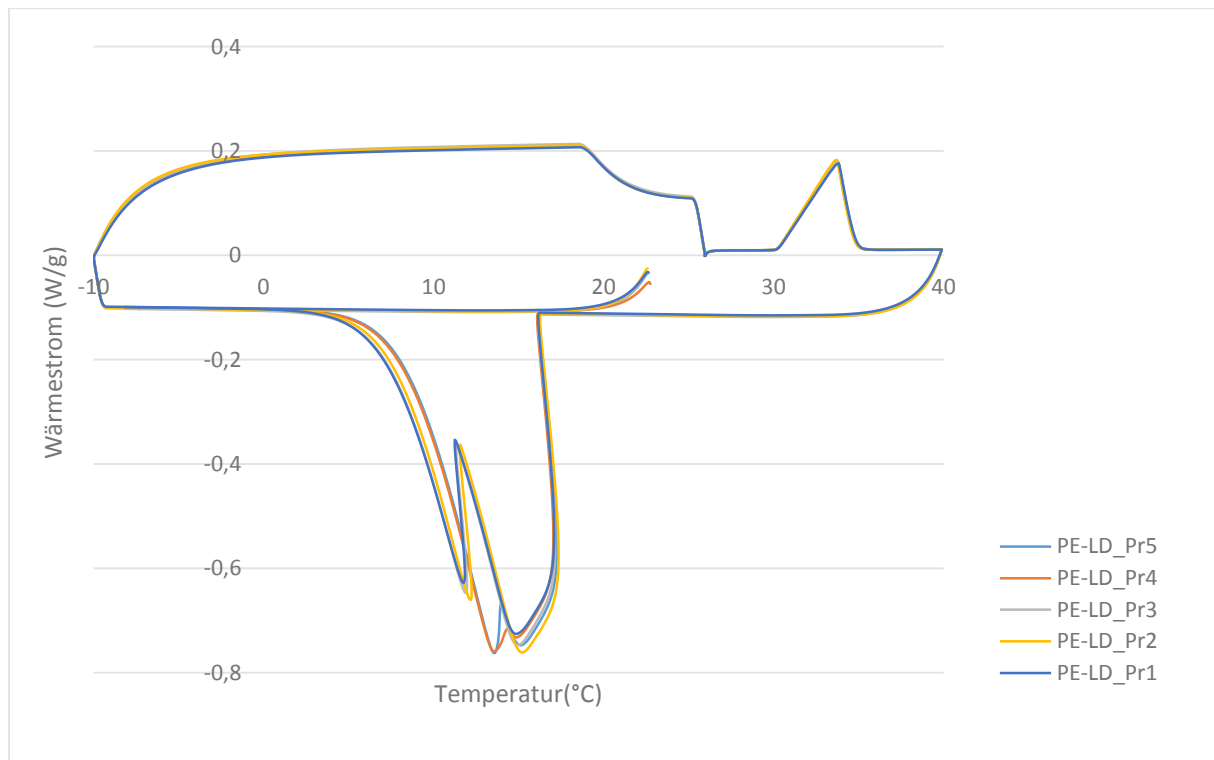


Abbildung 28: DSC: Überlagerung der Wärmestromkurven von PE-LD Probekörper gleicher Geometrie

Integriert man die Kristallisationskurven erlangt man Peakflächen, die sich mit 48,33J/g, 49,43J/g, 49,39J/g, 48,48J/g und 49,53J/g kaum unterscheiden. Die Kurvenverläufe der Kristallisationskurven weisen allesamt einen zweigeteilten Verlauf auf, der sich allerdings in seiner Form unterscheidet. Im Gegensatz dazu überlagern sich die Schmelzkurven annähernd vollständig, deren Steigungen für die Auswertung von Relevanz sind. Während sich bei PE-LD Probekörper 4 fast ein einzelner Peak

abzeichnet, sieht man bei den Probekörpern 1 und 2 eine Überlagerung zweier einzelner Peaks. Diese getrennten Kristallisationskurven könnten auf die im Messtiegel eingewogene Gallium-Menge, siehe Abbildung 29, zurückzuführen sein, welche aus zwei einzelnen Körnern besteht. Eine andere Erklärung dafür wäre kristallisationskinetischer Natur, dass somit mit fortgeschrittener Kristallisation erneut Wärme freigesetzt wird und dadurch die Zweiteilung der Kurve zustande kommt. Es zeigt damit allerdings auch, dass trotz der Verwendung desselben Messtiegels und derselben Gallium-Menge, das Gallium durch die Kristallisation unterschiedliche Formen bildet und damit die Ausgangsbedingungen jeder Messungen von der vorherigen abhängen.



Abbildung 29: DSC: Messtiegel unbeschichtet (l), beschichtet (m) und mit Galliumeinwaagen aus zwei Galliumkörnern (r)

Deshalb ist auch darauf zu achten, dass die Standby Temperatur der DSC, welche sich nach der Messung einstellt, bei maximal 25°C liegt, um nicht über den Schmelzpunkt des Galliums zu kommen und durch längere Zeiten im geschmolzenen Zustand andere Gallium-Verteilungen im Tiegel zu erhalten. Sollte die Raumtemperatur 29°C übersteigen, ist der Messtiegel mit dem Gallium zwischen den Messungen an einem externen kühleren Ort zu lagern, um dieses Problem zu verhindern. Eine langfristige Lagerung bei höheren Temperaturen erhöht ebenfalls das Risiko einer Legierungsbildung.

### 3.2.3. Einflussfaktoren in Berechnungsformel

Um die möglichen Fehlerquellen zu minimalisieren wurden die Fehlerfaktoren und die Stärke ihrer Einflüsse auf die gemessenen Werte analysiert. In der Berechnungsformel der Wärmeleitfähigkeit fließen Höhe, Durchmesser sowie die Steigungen der Referenz- und der Messkurve ein. Werden drei der vier Parameter gleichgelassen und der vierte variiert, können hier in Folge am Beispiel von Polypropylen die Einflüsse miteinander verglichen werden. In Relation zueinander sind allerdings einerseits nur die Einflüsse auf die Geometrie sowie andererseits die Einflüsse auf die Wärmestromsteigungen am Beispiel eines Probekörpers mit  $d = 5\text{mm}$  und  $h = 1\text{mm}$  zu betrachten.

Ungenauigkeiten in der Messung der Probekörpergeometrie werden in einem Intervall von  $\pm 0,05\text{mm}$  betrachtet und zeigen, da die Höhe linear in die Berechnung eingeht, für eine Abweichung von  $\pm 0,05\text{mm}$  beziehungsweise 5% eine Änderung der Wärmeleitfähigkeit von 5% auf. Der Durchmesser weist trotz quadratischem Anteil in der Berechnung der Fläche mit 2% für  $\pm 0,05\text{mm}$  einen geringeren

Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit auf, da die Fläche in einem Produkt mit der Steigungsdifferenz steht.

Die Messungenauigkeiten der Steigungen bewegt sich in einem Intervall von  $\pm 0,05 \text{ W}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{g}^{-1}$ . Der Einfluss der Steigung der Referenzkurve hat in der Berechnungsformel in diesem Intervall mit 0,3% eine untergeordnete Bedeutung, da der Kehrwert der Steigung als negativer Faktor im Nenner vom Kehrwert der Messsteigung abgezogen wird. Den größten Einfluss hat folglich die Steigung der Messkurve mit Probekörper, die mit  $\pm 7,8\%$  eine bedeutend größere Rolle spielt als die Referenzkurve.

### 3.3. MDSC

Die Kalibrierung des DSC-Messgerätes auf eine normgerechte Temperatursteigung von 1K/min erwies sich als schwierig, da die Kalibrierung der Enthalpie im Vergleich mit den Überprüfungs-messungen eine Abweichung außerhalb des definierten Toleranzbereiches von  $\pm 2\%$  geliefert hat. Bei mehrmaligem Durchführen dieser Kalibrierung wurden die Abweichungen der Einzelmessungen immer geringer. Dieses Phänomen ist auf eine variierende Aufschmelzform des Kalibrierindiums im Tiegel zurückzuführen, dessen Form sich bei wiederholtem Aufschmelzen vereinheitlicht. Als andere Ursache ist die Auslegung des Messgeräts auf „T-Zero“ Tiegel und nicht auf die verwendeten „Standard TA-Instruments“ Tiegel anzuführen.

Die Mittelwerte der Wärmeleitfähigkeiten aus den gemessenen Wärmekapazitäten der dünnen sowie der dicken Probekörper sind in Abbildung 30 zu sehen und werden in den Vergleich mit den ermittelten Referenzwerten der Laser Flash Analyse einbezogen.

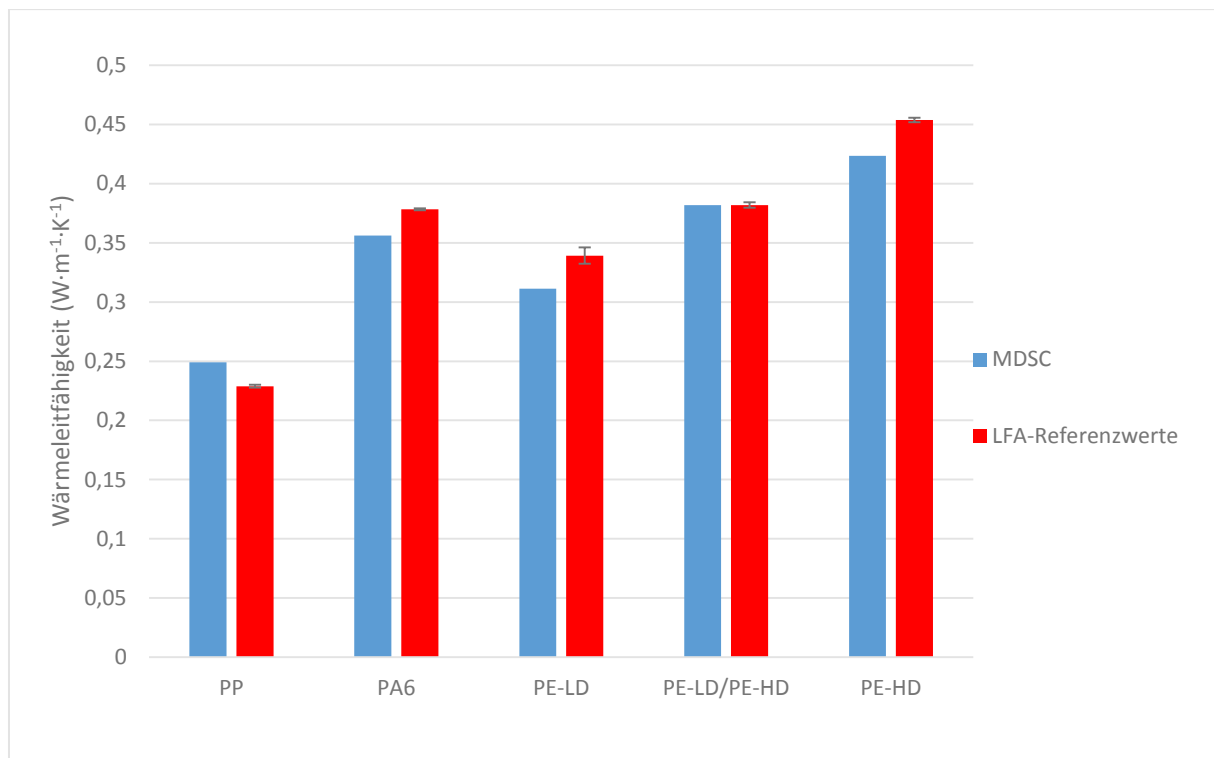


Abbildung 30: MDSC: Vergleich der gemessenen Wärmeleitfähigkeiten mit Referenzwerten

Eine Bestimmung der Standardabweichung der Wärmeleitfähigkeit ist im herkömmlichen Sinn nicht möglich, da sich jede Messung auf die davor gemessene Polystyrolreferenz bezieht und damit jede Messung, sowohl der dünnen als auch der dicken Probekörper, gemeinsam mit den Referenzen zu betrachten ist. Der Variationskoeffizient der gemessenen spezifischen Wärmekapazitäten lässt sich aber am Beispiel von den vielen Polystyrol-Referenzwerten mit 3,3% ermitteln und daraus auch für die anderen Messungen angenommen werden. Erst aus der Summe der vier Messungen lässt sich die

Wärmeleitfähigkeit errechnen, weshalb von jedem dieser Probekörper zuerst die Mittelwerte der Wärmekapazität und dann daraus das Ergebnis errechnet wurde.

Die Fehlerquellen der Messungen mittels modulierter DSC im Vergleich zur gewöhnlichen linearen DSC sind vielseitiger, da einerseits für die Kalibrierung mit Indium und Saphir zwei verschiedene Materialien zum Einstellen des Messgerätes notwendig sind. Zusätzlich sind pro Material Messungen von zwei Probekörpern sowie zwei Polystyrol-Referenzen gefordert. Somit können sechs Messungen potenzielle Fehlerquellen bei der Berechnung einer einzelnen Wärmeleitfähigkeit sein. Dies macht nicht nur das Fehlerpotential signifikant größer, sondern auch die Fehlerdetektion schwieriger. Zusätzlich ist ein gewisses Fehlerpotential beim Ablesen der ermittelten Wärmekapazitäten gegeben, da durch den modulierten Verlauf eine schwankende Kurve und kein fixer Wert als Ergebnis geliefert wird.

Sowohl bei der Kalibrierung des Wärmestromes mittels Indium-Referenz, als auch bei den Messungen der Probekörper an sich ist ein gewisser Drift zu vernehmen, der die gemessene Wärmekapazität des gleichen Tiegels von Messung zu Messung ansteigen lässt. Die Ursache dafür ist nicht eindeutig festzulegen aber wurde durch das jeweilige hintereinander Messen der Polystyrol-Referenzen und der Probekörper versucht zu umgehen. Auszuschließen ist eine Veränderung der Messwerte durch die Positionierung der Tiegel durch den Autosampler, da dieser Effekt selbst bei abgestellter Autosamplerfunktion und einem hintereinander Messen von ein und demselben Tiegel zu beobachten war. Eine Veränderung der Probekörper an sich ist ebenfalls auszuschließen, da die Maximaltemperatur der Messung von 40°C keine Veränderung der Materialien verursacht. Es besteht aber die Möglichkeit, dass es sich bei diesem Drift um eine messgerätspezifische Fehlfunktion handelt, die mit der durchgeführten Messweise nicht kausal verbunden ist.

Da bei den dickeren Platten mit  $h = 3,5\text{mm}$  das Stanzeisen teilweise nicht zerstörungsfrei zu verwenden war, sind die zurecht geschnittenen und geschliffenen Probekörper nicht vollständig achsensymmetrisch, wodurch auch ihre Positionierung auf der Messzelle eine entscheidende Rolle spielt. Das verwendete Silikonöl weist eine Viskosität von  $\mu = 350\text{mPa}\cdot\text{s}$  anstatt der in Norm empfohlenen  $\mu = 1\text{Pa}\cdot\text{s}$ , was womöglich auch zu etwas verfälschten Ergebnissen führen kann, wobei dies weder Drift oder Messabweichungen, sondern gegebenenfalls nur eine Verschiebung der gesamten mit Silikonöl gemessenen Probekörper erklären würde.

Vorteilhaft gegenüber den nicht modulierten Messungen mittels DSC ist eine mögliche Verwendung der Autosampler-Funktion bei den dünnen Probekörpern sowie einer kurzen Messdauer von 20 Minuten pro Messung. Die ermittelten Wärmeleitfähigkeiten weisen aber trotz der großen Anzahl an Teilmessungen und möglichen Fehlerquellen nur eine durchschnittliche Abweichung von  $\pm 0,024\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  auf und sind im Anbetracht der Referenzwerte damit nur geringfügig ungenauer als

jene der linearen DSC. Hierbei liegen die Messwerte allerdings nicht allesamt unterhalb, sondern im Falle von PP und PE-LD/PE-HD oberhalb der Referenzwerte.

### 3.4. Thermografie

Die erste Messreihe der thermografischen Untersuchung der Wärmeleitfähigkeit liefert für PP, PE-LD, PE-LD/PE-HD, CFK und PA6 Werte bezogen auf die Referenzwerte von PS und PE-HD. In Abbildung 31 ist der Temperaturverlauf der Messpunkte auf dem Probekörper am Beispiel von PP abgebildet und neben den auf die Probekörper gerichteten Messpunkten 1-3 lässt sich auch bei den auf das Dämmmaterial gerichteten Messpunkten 4-6 eine Steigerung der Temperatur mit der Zeit erkennen. Diese Steigerung ist allerdings nicht über die gesamte Oberfläche des Dämmmaterials konstant, da eine höhere Wärmeleitfähigkeit des PE-HD (Messpunkt 2) die Umgebung stärker aufheizt als ein PS. Die Werte der anderen beiden Probekörper werden dadurch ebenfalls etwas beeinflusst. Im Falle einer größeren Heizfläche sollten die Probekörper in größeren Abständen zueinander positioniert werden. Außerdem ist eine gewisse Wärmestrahlung der Heizdrähte im rechten unteren Bereich des Dämmmaterials auf dessen Oberfläche zu erkennen.

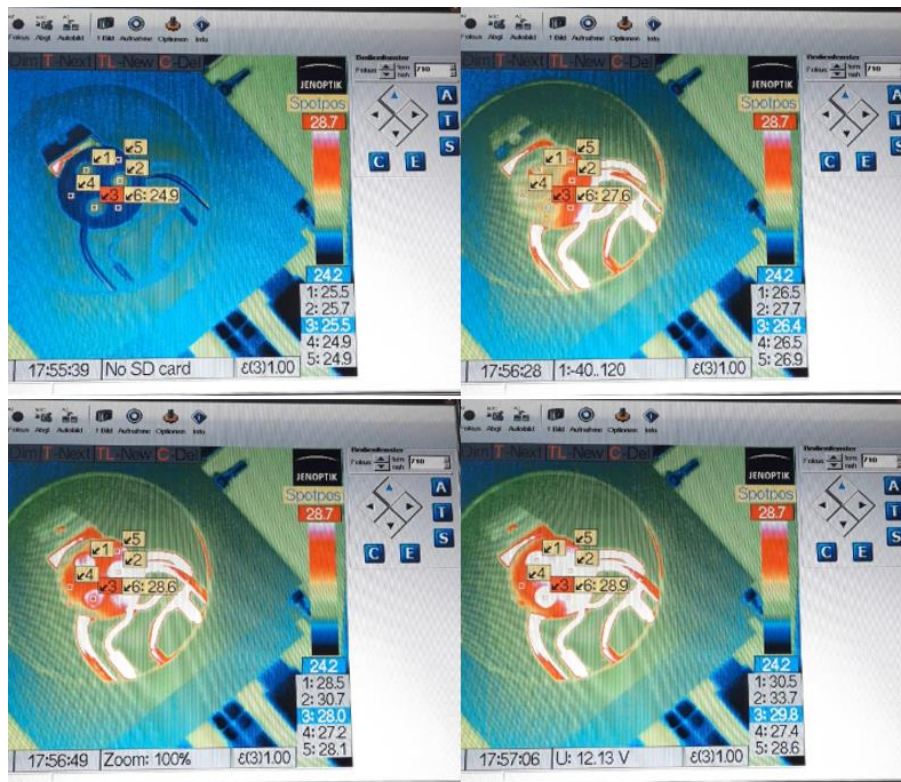


Abbildung 31: Thermografie: Temperaturverlauf von PP(1), PE-HD(2), PS(3), Dämmmaterial (4,5,6)

Liegt die unbekannte Wärmeleitfähigkeit zwischen denen der Referenzmaterialien, also in einem Intervall von  $0,16 - 0,45 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  ist der interpolierte Wert von der Temperaturdifferenz abhängig. In Abbildung 32 ist zu sehen, dass mit einem Ansteigen der Temperaturdifferenz von  $1^\circ\text{C}$  bis  $5^\circ\text{C}$  die interpolierten Wärmeleitfähigkeiten kontinuierlich ansteigen. Dies lässt darauf schließen, dass nach einem Anfahren der Heizquelle auf Maximaltemperatur die Zeiten repräsentativer die Wärmeleitfähigkeiten der Materialien widerspiegeln. Liegen die zu bestimmenden

Wärmeleitfähigkeiten außerhalb des von PS und PE-HD abgedeckten Intervalls, wie bei CFK, ist dieser Effekt nicht zu beobachten.

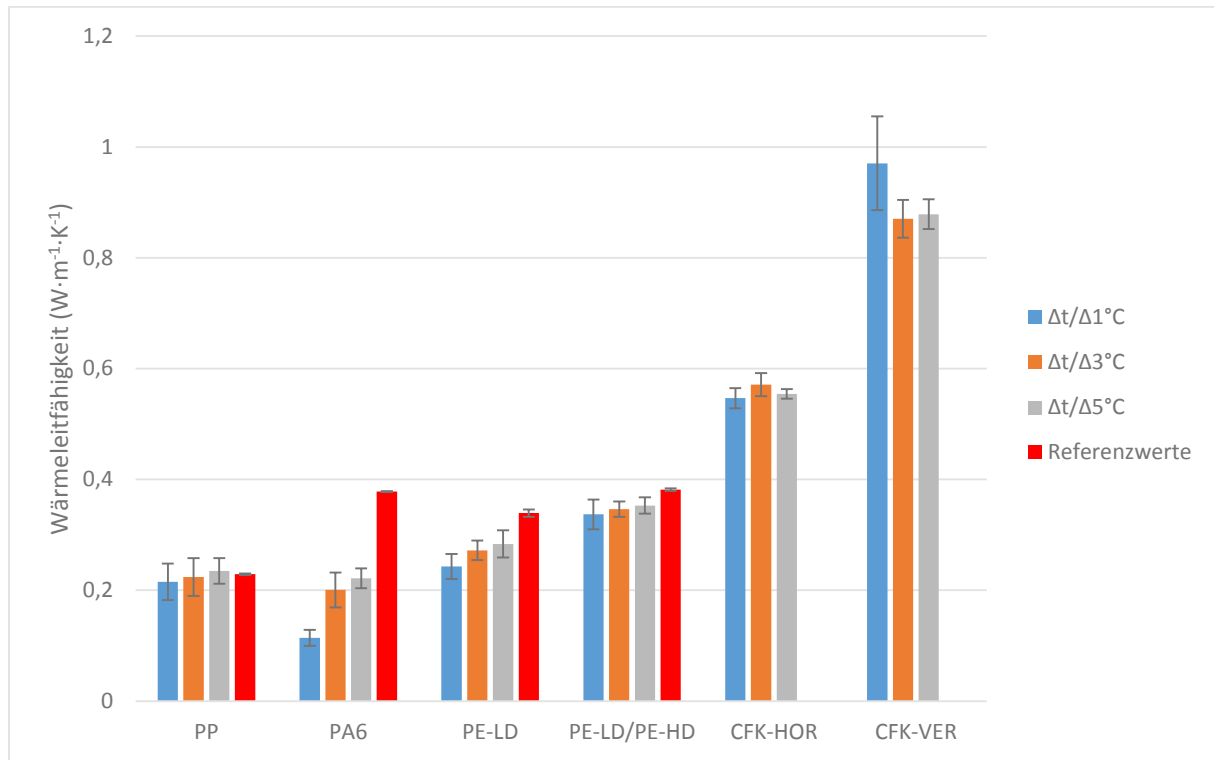


Abbildung 32: Thermografie: Wärmeleitfähigkeiten durch Interpolation mit PS- und PE-HD-Referenzen

In Abbildung 32 ist zu erkennen, dass die durch diese Methode interpolierten Werte in ihren Verhältnissen bezogen auf ihre Wärmeleitfähigkeit mit den realen Werten übereinstimmen. Die Reihenfolge der ermittelten Werte wird mit Ausnahme von Polyamid 6, das im Vergleich zu den LFA-Referenzwerten eine viel geringe Wärmeleitfähigkeit aufweist, eingehalten. Nachdem ein Probekörper für die Thermografie aus vier mit Silikonöl gestapelten einzelnen Teilen mit einer Höhe von  $h = 2\text{mm}$  besteht um einen längeren Weg für das Temperatursignal zu erhalten, ist eine einheitliche Form dieser Einzelteile wichtig. Nachdem die Probekörper des Polyamid 6 aus den Platten herausgeschnitten und geschliffen wurden, ist ihre Form unregelmäßig. Daraus ergibt sich eine verringerte, über die gesamte Höhe durchgehende Kontaktfläche der Probekörper und damit eine geringere Fläche um den Wärmestrom zu leiten, sowie Hohlräume zwischen ihnen und dem Dämmmaterial.

Nachdem die Reihenfolge der Wärmeleitfähigkeiten ansonsten korrekt ist, ihre Werte allerdings nicht genau mit den LFA-Referenzwerten übereinstimmen, ist darauf zu schließen, dass die Interpolation im gewählten Intervall nicht linear durchführbar ist. Aus diesem Grund sind Referenzmaterialien in engeren Abständen notwendig, wofür die Polystyrol-Kreide Mischungen hergestellt wurden.

Bei der zweiten Messreihe wurde nur noch ein Material pro Messung demselben Temperaturprogramm unterzogen, um eine Beeinflussung eines Kunststoffes durch die



Wärmeabgaben der anderen auszuschließen und für jede Messung die gleichen Rahmenbedingungen zu schaffen. Auch der Effekt der Wärmestrahlung der Heizdrähte wurde durch das Positionieren des Probekörpers auf der gegenüberliegenden Seite des Dämmmaterials, um die Distanz zu maximieren, verringert. Durch dieselben Temperaturbedingungen, Lichtverhältnisse und den identen Versuchsaufbau sollte somit ein kompletter Vergleich der Materialien untereinander ermöglicht werden. Dafür wurde eine neue Form aus Polyurethanschaum verwendet die nur noch ein ausgestanztes Loch zur Verfügung hat, welches eine geringfügig dezentrale Position besitzt. Dies war notwendig um das kleine Loch in der Mitte der Heizplatte des Mikroskopheiztisches nicht mit der Unterseite des Probekörpers zu bedecken und eine vollständige Auflage auf der Heizplatte zu garantieren. Außerdem wurde der Temperaturanstieg der Mikroskopheizplatte auf 120°C/min erhöht, um eine schnellere Erreichen der Maximaltemperatur und damit eine bessere Annäherung an einen Wärmeimpuls zu generieren. Das Ziel dieser zweiten Messreihe besteht darin einen Zusammenhang zwischen den gemessenen Zeiten bis zum Erreichen der ausgewählten Temperaturintervalle und der Wärmeleitfähigkeit zu finden, der von der Verwendung von Referenzmaterialien bei der Messung unabhängig ist.

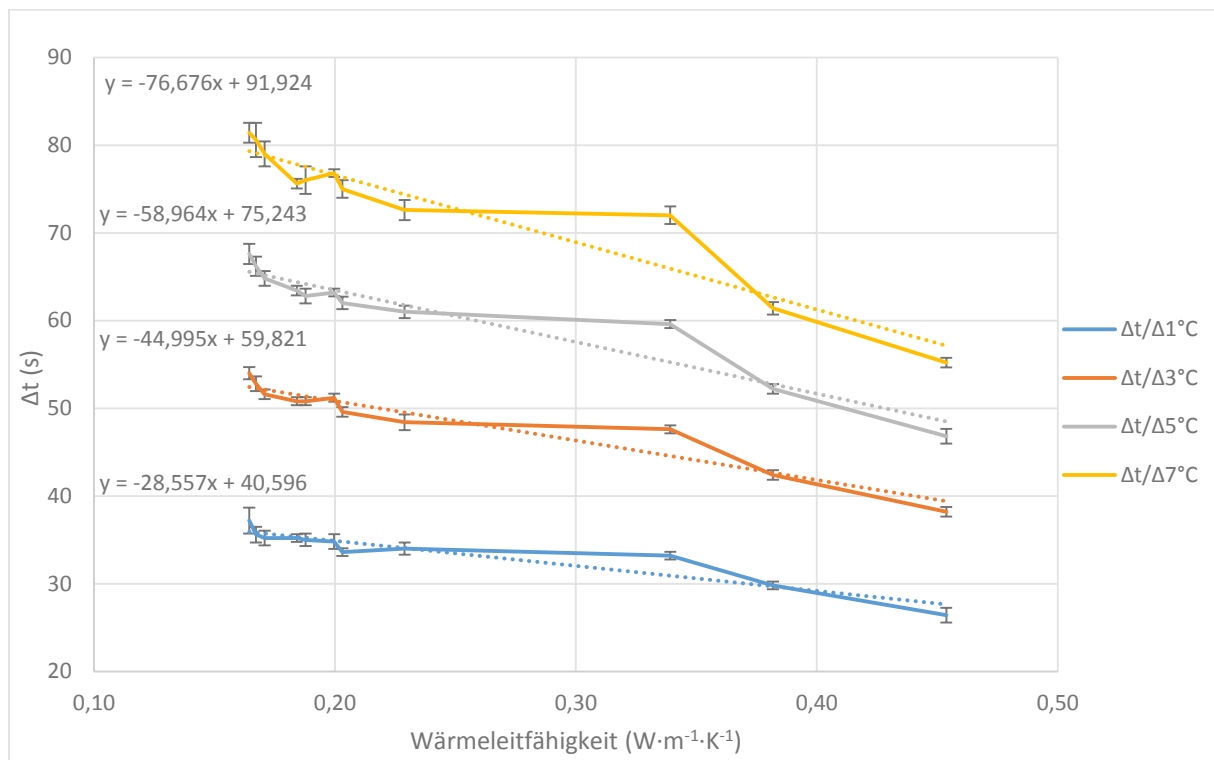


Abbildung 33: Thermografie: Temperaturanstieg pro Zeitintervall nach Wärmeleitfähigkeit der Probekörper

In Abbildung 33 sind die gemessenen Zeiten bis zum Erreichen der ausgewählten Temperaturanstiege an der Probekörperoberseite von 1, 3, 5 und 7°C abgebildet und die zu sehenden Kurven zeigen im für Kunststoffe relevanten Messbereich von 0,15 bis 0,45  $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$  annähernd lineare Kurven der unterschiedlichen Intervalle. Die negativen Steigungen der linearen Trendlinien weisen für höhere

Temperaturunterschiede eine stärker sinkende Steigung mit  $-76 \text{ s/1 W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  auf, da sich über die längeren Zeitdauern die Unterschiede aufgrund der Wärmeleitfähigkeiten der Materialien vergrößern. Die Abweichung von diesen linearen Verläufen ist bei einem Temperaturanstieg von  $1^\circ\text{C}$  am geringsten und legt nahe, dass sich damit ein Richtwert für ein neues Material durch eine Angleichung seiner Zeit mit der linearen Trendlinie leicht bestimmen lässt. Als Ausreißer ist erneut Polyamid 6 zu nennen, dessen inhomogene Form auch hier wieder eine starke Abweichung zum annähernd linearen Verlauf der anderen Kunststoffe verzeichnet und aus diesem Grund aus der Auswertung entfernt wurde.

Die Standardabweichungen der Zeiten der fünf Messungen eines Materials sind gering und liefern reproduzierbare Ergebnisse, wobei sie mit Anstieg des Temperaturintervalls ebenfalls zunehmen. Die exakte Probekörpergeometrie scheint dabei eine sehr entscheidende Rolle zu spielen. Sind ihre Höhen geringer, ist das Temperatursignal schneller an der Oberfläche zu detektieren und schon bei geringen Höhenunterschieden von  $\pm 0,1\text{mm}$  pro Probekörper ergibt sich eine Differenz von mehreren Sekunden bis zum Erreichen der Temperaturdifferenz. Ist der Durchmesser allerdings geringer, führt dies zu Hohlräumen zwischen Probekörper und Dämmmaterial und niedrigeren Wärmeleitfähigkeiten. Sollte der Durchmesser unregelmäßig sein, beziehungsweise die Oberfläche keine Kreisscheibe ergeben, können die Probekörper nicht mit ihrer gesamten Kontaktfläche aufeinander liegen und verzeichnen somit Verluste im Wärmestrom bis zur Temperaturdetektion.

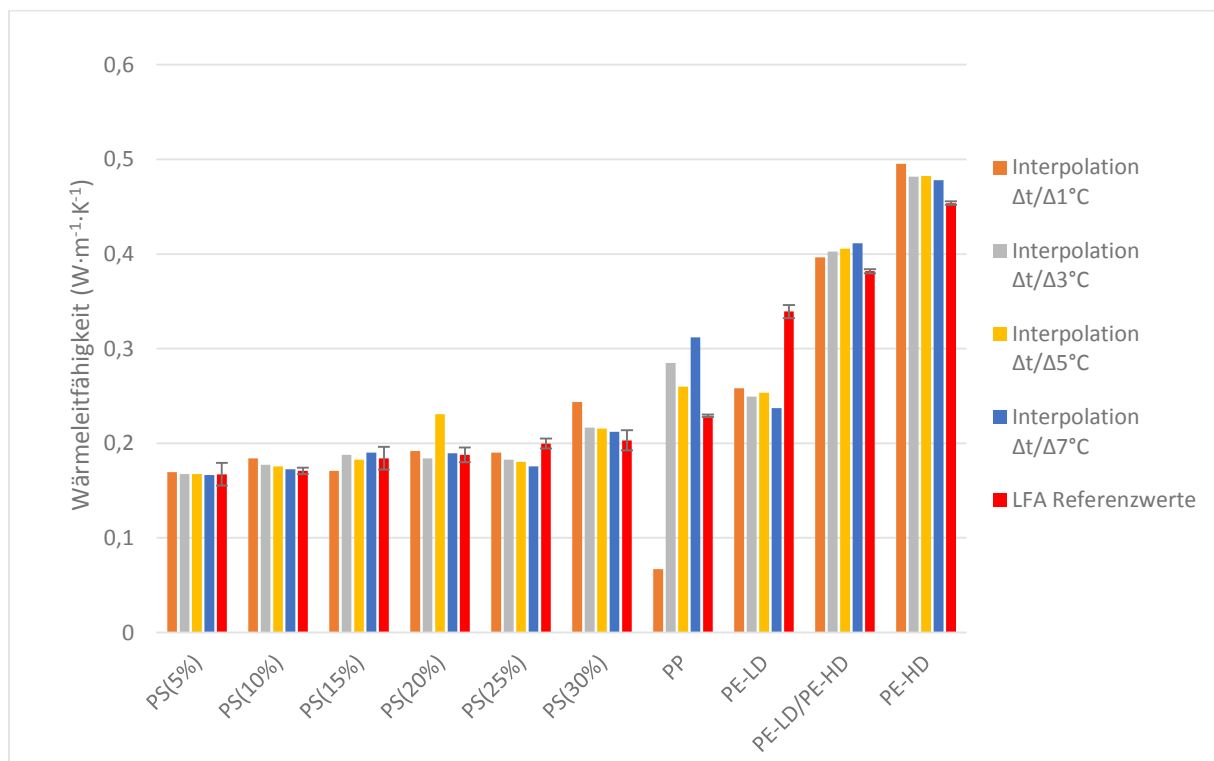


Abbildung 34: Thermografie: Interpolation der Wärmeleitfähigkeiten mit LFA Referenzwerten

Nimmt man wie in der ersten Messreihe in Abbildung 32 nun den nächstgrößeren und nächstkleineren wertmäßigen Nachbarn in Bezug auf die Wärmeleitfähigkeit als gegeben an, lässt sich anhand der

gemessenen Zeitintervalle linear interpolieren. In Abbildung 34 sind die auf diese Weise gemessenen Zeiten der unterschiedlichen Temperaturdifferenzen interpoliert und gegen die LFA-Referenzwerte aufgetragen. Die dadurch errechneten Wärmeleitfähigkeiten weichen im Durchschnitt um  $0,029 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  ab. Die Höhe dieser Abweichungen sind für enge Interpolationsintervalle im Bereich von  $0,16\text{-}0,22 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  allerdings sehr gering und werden erst in Folge, tendenziell bei höheren Wärmeleitfähigkeiten und breiteren Interpolationsintervallen, größer. Mit ein paar wenigen Ausnahmen wie  $\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$  des PP sind die interpolierten Werte allesamt in einem richtigen Größenbereich.

## 4. Ausblick

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Wärmeleitfähigkeitsbestimmung mittels untersuchter alternativer Messmethoden mit etwas weiterer Entwicklung und unter Berücksichtigung gewisser Abweichungen herangezogen werden kann. Um die Wärmeleitfähigkeiten in Abbildung 35 miteinander zu vergleichen, werden die über Laser Flash Analyse bestimmten Ergebnisse als korrekt angenommen, obwohl die Messung dieser durch getrennte Dichte-, Wärmekapazitäts- und Temperaturleitfähigkeitsbestimmung ebenfalls Fehlerpotential besitzt.

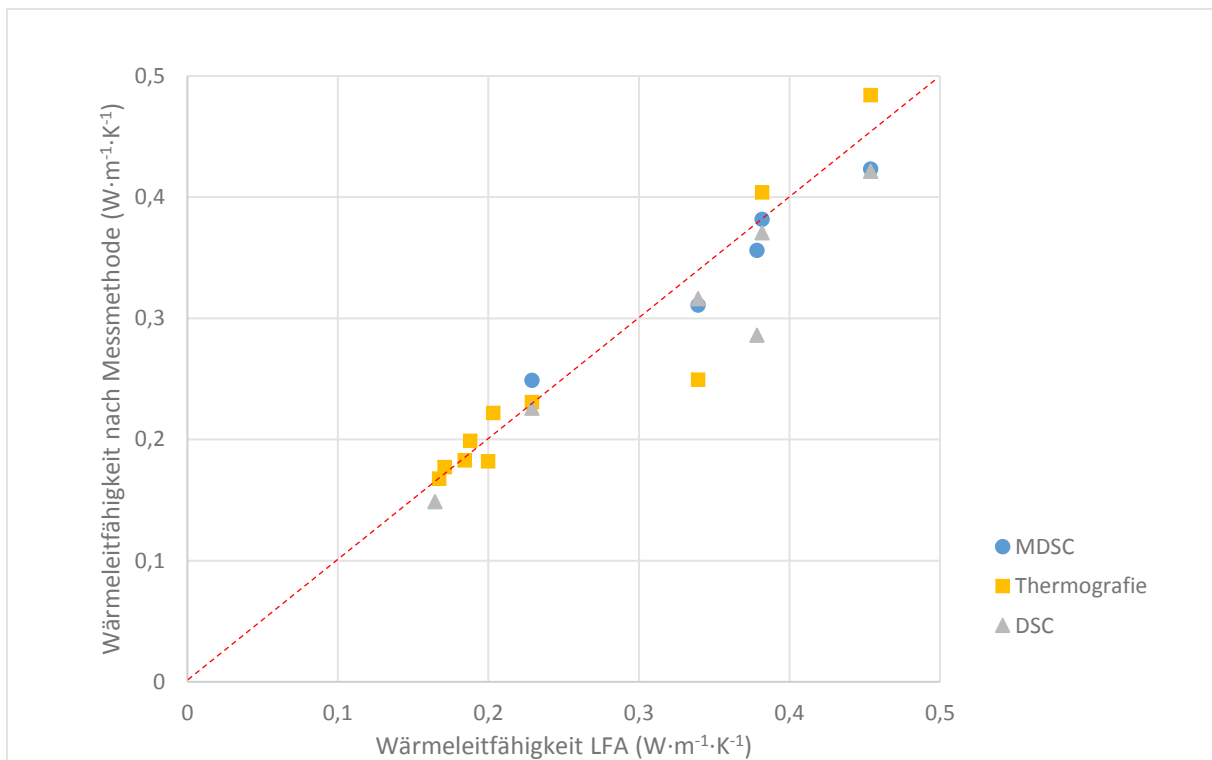


Abbildung 35: Zusammenfassender Vergleich der Wärmeleitfähigkeiten der Messmethoden über die LFA-Referenzwerte; DSC ( $d=5\text{mm}$ ,  $h=2\text{mm}$ )

Die besten Ergebnisse liefern unter Verwendung des DSC-Messgeräts Q20 von TA Instruments die Durchführung mit Probekörpern mit einem Durchmesser von  $d = 5\text{mm}$  und einer Höhe von  $h = 2\text{mm}$  nach DIN EN ISO 11357-8. Obwohl die Wärmeleitfähigkeiten im Vergleich zu den über Laser Flash Analyse ermittelten Referenzwerten um durchschnittlich  $0,017\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  niedriger liegen, weichen sie mit dieser Probekörpergeometrie nur im Mittel um 5,5% ab. Auch die Reproduzierbarkeit ist mit einer Standardabweichung von 0,0068 bei dieser Geometrie am geringsten. Die Höhe dieser Abweichungen steigt mit sinkender Probekörperhöhe im normativ vorgeschriebenen Intervall von  $h = 0,5\text{-}2\text{mm}$  und die Tendenz bewegt sich ebenfalls in Richtung höherer Standardabweichungen. Die normativ vorgeschriebene Abweichung von  $\pm 0,1\text{mm}$  vom Tiegelbodendurchmesser sollte im Falle eines differierenden Messpodestdurchmessers auf diesen bezogen werden, da ansonsten durch das

Überstehen des Probekörpers die Berechnungsformel viel zu geringe Messergebnisse liefert und in dieser Form nicht zu verwenden ist.

Um die Durchmesser der Probekörper für zukünftige Messungen präziser steuern zu können, wäre ein Lochbohrer einem Stanzeisen vorzuziehen. Bei einem Bohrer könnte der Einfluss des elastischen Verhaltens ignoriert werden und damit auch der spröde Charakter, beispielsweise eines Polystyrols, zu kleineren Problemen bei der Formgebung führen. Somit könnte der Durchmesser der Probekörper verlässlicher und genauer an jenen des Messpodests der DSC angenähert werden, da er trotz Stanzeisen mit  $d = 5\text{mm}$  durchschnittlich  $d = 5,055\text{mm}$  betragen hat.

Idealerweise sollten die Tiegel den gleichen Durchmesser wie Probekörper und Messpodest aufweisen. Das im Tiegel befindliche Gallium sollte als eine flache, im Tiegel zentrierte Scheibe vorliegen, vor allem im Falle eines Tiegels mit größerem Durchmesser als das Podest der Messzelle. Die Menge an Silikonöl ist so zu wählen, dass eine vollständige Benetzung des Probekörpers mit Messtiegel und Messpodest vorliegt und der Probekörper über die vollständige Fläche des Messpodests in Kontakt steht. Um die Wiederholbarkeit der Messungen zu erhöhen, ist die Ausrichtung des Messtiegels im Falle eines asymmetrisch vorliegenden Galliums wichtig, da sonst der benötigte Vergleich von Referenzkurve und Messkurve nicht passt.

Die untersuchten Faktoren der Dichte sowie der Faserorientierung lassen sich repräsentativ in ihrer Auswirkung auf die Wärmeleitfähigkeit bestätigen. Der Einfluss des Wassergehalts ist zwar nachweisbar aber geht mit hohen Standardabweichungen einher, wobei das für die Wassergehaltsbestimmung zugrundeliegende Polyamid 6 generell als einziges Material inkonsistente Werte liefert. Im Falle eines Kohlefaserverbunds, dessen Wärmeleitfähigkeit oberhalb des vorgeschriebenen Anwendungsbereichs von  $\lambda = 0,1\text{-}1\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  liegt, lassen sich Richtwerte bestimmen, die trotz hoher Abweichungen hohe Unterschiede in der Faserorientierung zeigen.

Die modulierte Variante der DSC liefert nach ASTM E1952-17 Normvorlage Messwerte, die sich in Bezug auf die Referenzwerte mit einer mittleren Abweichung von  $\pm 0,018\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  oder äquivalent 5,92% ähnlich gut wie bei der linearen Methode verhalten. Hierbei liegen die Wärmeleitfähigkeiten in beidseitiger Abweichung zu den Referenzwerten. Sowohl die Kalibrierung als auch die Messungen des Referenzmaterials und der Probekörper bestehen aus insgesamt sechs Teilmessungen, was somit das Fehlerpotential pro Messung deutlich erhöht. Die daraus resultierenden Wärmeleitfähigkeiten besitzen somit Abweichungen schwer detektierbarer Ursachen und können durch den auftretenden Drift in den gemessenen Wärmekapazitäten nicht vollständig reproduziert werden. Fraglich ist, ob dieses Phänomen aufgrund einer Problematik des Messgerätes selbst oder aufgrund nicht vollständig korrekter Messparameter auftritt. Minimiert kann es allerdings durch ein jeweiliges hintereinander Messen von Referenz- und Probekörper werden. Für weitere Messungen mittels MDSC wäre es von

Interesse, die Messungen mit „T-Zero“ Tiegel durchzuführen um damit gewisse Messungsgenauigkeiten minimieren zu können.

Die thermografische Methode ist ein erstmaliger Versuch zur Wärmeleitfähigkeitsbestimmung und erfüllt ihre Funktion, um mit den richtigen bekannten Referenzsubstanzen Richtwerte zu generieren. Die Methode ist allerdings sehr empfindlich auf Abweichungen der Probekörpergeometrie und besitzt noch Verbesserungspotential in ihrem Versuchsaufbau, um ihre Genauigkeit zu erhöhen. Nimmt man an, dass die Werte der nächstgrößeren und nächstkleineren Wärmeleitfähigkeiten über die Referenzwerte gegeben sind, lässt sich durch lineare Interpolation die gefragte Wärmeleitfähigkeit mit einer mittleren Abweichung von  $\pm 0,029 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  bestimmen. Wobei bei schmälere Intervallen der Interpolationsgrenzen, also im Bereich von  $\lambda = 0,16\text{-}0,2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ , Abweichungen mit  $\pm 0,0105 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  bei weitem geringer sind als jene bei breiteren Intervallen. Liegen die Referenzwerte weiter auseinander, sinkt die Genauigkeit demnach signifikant, aber solange in engen Intervallen gestaffelte Referenzmaterialien zur Verfügung stehen, sollte die Messmethode anwendbar sein.

Für zukünftige Messungen wäre eine größere Heizplatte von Vorteil, um äußere Einflüsse zu minimieren. Außerdem wäre eine Probekörpergeometrie mit einem Durchmesser von  $d=5\text{mm}$  und einer Höhe von  $h = 10\text{mm}$  zu bevorzugen, im Gegensatz zu den verwendeten gestapelten Probekörpern. Hätte man nun Referenzmaterialien bekannter Wärmeleitfähigkeiten im Bereich von  $0,1\text{-}0,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  bei einer Abstufung von beispielsweise  $0,025 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ , würde sich die Wärmeleitfähigkeit mit einer geringeren Abweichung herleiten lassen. Als präzise und damit verlässliche Messmethode, die Wärmeleitfähigkeit neuartiger Materialien zu bestimmen ist dieses Verfahren noch nicht ausreichend ausgelegt und erfordert noch eine Weiterentwicklung der bisher im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messmethode, sowie der Referenzmaterialien bekannter Wärmeleitfähigkeit.

Aus den Ergebnissen wird der Forschungsgruppe für Strukturpolymere der TU Wien über DSC sowie MDSC die Möglichkeit der Messung der Wärmeleitfähigkeit von Kunststoffen nach Norm unter gewissen zusätzlichen Anforderungen geboten. Die sich dabei bewiesene Vorgehensweise wurde für beide Varianten im Anhang zusammengefasst. Die Abweichungen der Messgenauigkeiten von durchschnittlich 5-6% sind nur geringfügig schlechter als jene von 2-5%, die Hersteller von herkömmlichen Messgeräten zur Wärmeleitfähigkeitsbestimmung garantieren, wobei im Rahmen dieser Arbeit zusätzlich dazu Maßnahmen präsentiert wurden, um diese Messgenauigkeit in Zukunft zu erhöhen und mögliche Fehler auszuschließen.

## 5. Abkürzungen und Symbole

Tabelle 7: Symbol- und Abkürzungserklärungen

Symbol	Messgröße	Einheit
$A$	Fläche	$m^2$
$a$	Temperaturleitfähigkeit	$m^2 \cdot s^{-1}$
$C_{th}$	MDSC: Wärmekapazität	$J \cdot K^{-1}$
$C_{1,C2}$	Plancksches Strahlungsgesetz: Konstanten	
$c_p$	Spezische Wärmekapazität	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$
$D$	MDSC: Kalibrierkonstante	–
$d$	Durchmesser	$m$
$h$	Probekörperhöhe	$m$
$L$	Lorenz-Konstante	$W \cdot \Omega \cdot K^{-2}$
$M$	Thermografie: Spezifische Ausstrahlung	$W \cdot m^{-2}$
$m$	Masse	$kg$
$P$	Guarded Heat Flow: Leistung	$W$
$p$	MDSC: Periode	$s$
$Q$	Wärme	$J$
$\dot{Q}$	Wärmestrom	$W$
$\dot{Q}/\Delta T$	DSC: Steigung der Messlinie mit Probekörper	$W \cdot K^{-1}$
$\dot{Q}_0/\Delta T_0$	DSC: Steigung der Messlinie ohne Probekörper	$W \cdot K^{-1}$
$\dot{q}$	Wärmestromdichte	$W \cdot m^{-2}$
$R_s$	Thermischer Widerstand	$K \cdot W^{-1}$
$T$	Temperatur	$K$
$t$	Zeit	$s$
$t_{0,5}$	LFA: Zeit bis halbem Temperaturmaximum	–
$x$	Länge	$m$
$x_{H_2O}$	Wassergehalt	$kg \cdot kg^{-1}$
$\varepsilon$	Emissionsgrad	–
$\lambda$	Wärmeleitfähigkeitskoeffizient	$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
$\lambda_o$	MDSC: beobachtete Wärmeleitfähigkeit	$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
$\lambda_r$	MDSC: Referenz Wärmeleitfähigkeit	$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
$\mu$	Dynamische Viskosität	$Pa \cdot s$
$\rho$	Dichte	$g \cdot cm^{-3}$
$\sigma$	Elektrische Leitfähigkeit	$S \cdot m^{-1}$
$\sigma$	Thermografie: Stefan-Boltzmann Konstante	$W \cdot m^{-2} \cdot K^{-4}$
$\tau$	Transmissionsgrad	–
Abkürzung	Beschreibung	
PS	Polystyrol	–
PS(x%)	Polystyrol + x % Kreidepulver	–
PP	Polypropylen	–
PE-LD	Polyethylen-Low Density	–
PE-HD	Polyethylen- High Density	–
PE-LD/PE-HD	Polyethylen - 50:50 HighDensity/Low Density	–
PA6	Polyamid 6	–
CFK	Kohlenstofffaserverstärkter Kunststoff	–
DSC	Dynamische Differenzkalorimetrie	–
MDSC	Modulierte Dynamische Differenzkalorimetrie	–
LFA	Laser Flash Analyse	–

## 6. Anhang

### 6.1. Plattenpressparameter

Tabelle 8: Heißpresse: Parameter für das Pressen von 14x8cm Platten mit der Heißpresse Collin (P200 P)

	PS	PP	PE-LD	PE-LD/PE-HD	PE-HD	PA6
h=3,5mm, m(g)	41,53	37,03	38,20	39,21	37,83	51,35
h=2mm, m(g)	23,36	20,56	20,84	22,97	21,46	30,22
h=1mm, m(g)	11,67	10,36	13,77	12,70	10,81	25,82
h=0,5mm, m(g)	11,64	5,32	7,47	6,75	5,49	10,42
T <sub>1</sub> (°C)	70	120	60	80	80	150
T <sub>2</sub> (°C)	150	220	170	190	190	260
T <sub>3</sub> (°C)	150	220	170	190	190	260
T <sub>4</sub> (°C)	150	220	170	190	190	260
T <sub>5</sub> (°C)	30	30	30	30	30	30
p <sub>1</sub> (bar)	5	3	3	3	3	3
p <sub>2</sub> (bar)	10	10	10	10	10	5
p <sub>3</sub> (bar)	20	20	20	20	20	10
p <sub>4</sub> (bar)	40	40	40	40	50	10
p <sub>5</sub> (bar)	50	60	50	60	80	10
T <sub>m</sub> /T <sub>g</sub> (°C)	100	160	110	130	130	221
ρ (g·m <sup>-3</sup> )	1,03	0,91	0,92	0,935	0,95	1,14



## 6.2. Laser Flash Analyse

Tabelle 9: LFA: Messparameter zur Wärmeleitfähigkeitsberechnung

	$\rho$ (g·cm <sup>-3</sup> )	$c_p$ (J·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	$a$ (m <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )	$\lambda$ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
PS	1,043	1,303	0,121±0,0009	<b>0,1644</b>
PS(5%)	1,075	1,275	0,122±0,0051	<b>0,1672</b>
PS(10%)	1,098	1,253	0,1242±0,0029	<b>0,1708</b>
PS(15%)	1,143	1,230	0,131±0,0107	<b>0,1842</b>
PS(20%)	1,177	1,207	0,1322±0,0069	<b>0,1878</b>
PS(25%)	1,227	1,193	0,1364±0,0047	<b>0,1997</b>
PS(30%)	1,276	1,155	0,1378±0,0095	<b>0,2031</b>
PP	0,908	1,735	0,1476±0,0012	<b>0,2289</b>
PE-LD	0,924	2,156	0,1796±0,0062	<b>0,3392</b>
PE-LD/PE-HD	0,941	1,934	0,2098±0,002	<b>0,3818</b>
PE-HD	0,953	1,837	0,271±0,0017	<b>0,4538</b>
PA6	1,129	1,677	0,201±0,0006	<b>0,3783</b>

## 6.3.DSC

Tabelle 10: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polystyrol (PS)

h (mm)	d (mm)	m <sub>Gallium</sub> (mg)	Q/ΔT (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	Q <sub>0</sub> /ΔT <sub>0</sub> (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	λ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
2,04	5,85	69,59	0,02253	0,5074	0,1245
2,03	5,85	69,59	0,02233	0,9406	0,1202
2,01	5,99	59,75	0,02849	1,389	0,1240
2,02	5,97	59,75	0,02817	1,205	0,1244
2,04	6,03	59,75	0,02716	1,026	0,1195
Stdabw:				0,0024	<b>0,1225</b>
1,03	6,06	69,59	0,04599	0,9406	0,1201
1,08	6,03	59,75	0,05008	1,338	0,1176
1,04	5,97	59,75	0,04720	1,338	0,1086
1,05	6,01	59,75	0,05454	1,205	0,1263
1,05	6,03	59,75	0,05095	1,205	0,1173
Stdabw:				0,0064	<b>0,1173</b>
2,04	4,99	59,75	0,02332	1,428	0,1478
1,95	4,89	59,75	0,02446	1,568	0,1542
1,99	4,85	59,75	0,02366	1,568	0,1546
2,02	4,96	59,75	0,02249	1,693	0,1424
2,03	4,92	59,75	0,02250	1,570	0,1456
Stdabw:				0,0053	<b>0,1489</b>
1,06	4,99	59,75	0,04368	1,026	0,1478
1,00	5,02	59,75	0,05102	1,026	0,1621
1,07	4,99	59,75	0,04571	1,026	0,1564
1,05	5,00	59,75	0,04697	1,348	0,1555
1,08	5,01	59,75	0,04728	1,348	0,1604
Stdabw:				0,0056	<b>0,1564</b>
0,52	5,02	59,75	0,09130	1,570	0,1521
0,49	5,00	59,75	0,09359	1,570	0,1484
0,55	4,99	59,75	0,08767	1,570	0,1560
0,53	5,00	59,75	0,08153	1,570	0,1387
0,52	4,95	59,75	0,08197	1,570	0,1396
Stdabw:				0,0076	<b>0,1487</b>

Tabelle 11: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polypropylen (PP)

h (mm)	d (mm)	m <sub>Gallium</sub> (mg)	Q/ΔT (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	Q <sub>0</sub> /ΔT <sub>0</sub> (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	λ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
2,03	6,03	69,59	0,02923	0,6683	0,1969
2,02	6,02	69,59	0,03419	0,5074	0,1811
1,98	6,01	59,75	0,04459	1,389	0,1921
2,05	6,05	59,75	0,04112	1,496	0,1802
2,02	6,05	59,75	0,04065	1,496	0,1754
Stdabw:				0,0090	<b>0,1851</b>
1,04	6,03	59,75	0,07666	0,8549	0,1832
1,06	6,06	59,75	0,06851	0,8549	0,1635
1,05	6,03	59,75	0,07137	1,217	0,1666
1,02	6,06	59,75	0,07336	1,026	0,1669
1,04	6,01	59,75	0,07577	1,026	0,1792
Stdabw:				0,0087	<b>0,1719</b>
2,02	5,03	59,75	0,03670	1,417	0,2288

Anhang

2,04	5,06	59,75	0,03596	1,417	0,2236
2,03	5,05	59,75	0,03613	1,417	0,2245
2,05	5,03	59,75	0,03589	1,417	0,2270
2,02	5,02	59,75	0,03609	1,417	0,2258
Stdabw:				0,0020	<b>0,2260</b>
1,03	5,05	59,75	0,06678	1,348	0,2153
1,03	5,02	59,75	0,06751	1,348	0,2204
1,02	5,05	59,75	0,06391	1,348	0,2026
1,03	5,05	59,75	0,06855	1,348	0,2213
1,02	5,04	59,75	0,06614	1,348	0,2119
Stdabw:				0,0072	<b>0,2145</b>
0,52	5,12	59,75	0,1312	1,324	0,2198
0,50	5,10	59,75	0,1283	1,324	0,2078
0,50	5,12	59,75	0,1318	1,324	0,2124
0,50	5,12	59,75	0,1279	1,324	0,2054
0,51	5,08	59,75	0,1323	1,324	0,2210
Stdabw:				0,0067	<b>0,2133</b>

Tabelle 12: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen Polyethylen niederer Dichte (PE-LD)

h (mm)	d (mm)	m <sub>Gallium</sub> (mg)	Q/ΔT (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	Q <sub>0</sub> /ΔT <sub>0</sub> (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	λ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
2,04	6,23	59,75	0,05205	1,217	0,2174
2,05	6,19	59,75	0,06082	1,217	0,2606
2,03	6,22	59,75	0,06027	1,217	0,2531
2,07	6,18	59,75	0,05379	1,473	0,2302
2,02	6,17	59,75	0,05736	1,473	0,2409
Stdabw:				0,0173	<b>0,2404</b>
1,04	6,25	59,75	0,0869	1,473	0,1870
1,05	6,24	59,75	0,1063	1,473	0,2350
1,03	6,22	59,75	0,1016	1,473	0,2210
1,06	6,22	59,75	0,0905	1,473	0,2010
1,07	6,24	59,75	0,1041	1,473	0,2382
Stdabw:				0,0220	<b>0,2165</b>
2,05	5,07	59,75	0,04873	1,450	0,3059
2,07	5,08	59,75	0,05195	1,450	0,3288
2,03	5,03	59,75	0,04993	1,450	0,3156
2,07	5,10	59,75	0,04893	1,450	0,3066
2,04	5,09	59,75	0,0571	1,589	0,3252
Stdabw:				0,0105	<b>0,3164</b>
1,05	5,08	59,75	0,09604	1,417	0,3189
1,05	5,07	59,75	0,09294	1,417	0,3091
1,07	5,05	59,75	0,09612	1,450	0,3291
1,06	5,10	59,75	0,09791	1,450	0,3261
1,05	5,09	59,75	0,09392	1,450	0,3138
Stdabw:				0,0083	<b>0,3194</b>
0,51	5,05	59,75	0,1679	1,458	0,2950
0,53	5,10	59,75	0,1698	1,458	0,3045
0,50	5,05	59,75	0,1706	1,458	0,2946
0,52	5,04	59,75	0,1585	1,458	0,2826
0,52	5,03	59,75	0,1647	1,458	0,2937
Stdabw:				0,0077	<b>0,2941</b>

Tabelle 13: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polyethylen mittlerer Dichte (PE-LD/PE-HD)

h (mm)	d (mm)	m <sub>Gallium</sub> (mg)	Q/ΔT (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	Q <sub>0</sub> /ΔT <sub>0</sub> (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	λ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
2,02	5,02	59,75	0,05918	0,6485	0,3788
2,02	5,03	59,75	0,05520	0,6485	0,3688
2,01	5,03	59,75	0,05685	0,6485	0,3766
2,03	4,98	59,75	0,05228	0,6485	0,3541
2,03	5,04	59,75	0,05635	0,6485	0,3752
Stdabw:				0,0100	<b>0,3707</b>
1,05	5,06	59,75	0,1066	1,252	0,3635
1,05	5,05	59,75	0,1047	1,252	0,3579
1,03	5,03	59,75	0,1033	1,252	0,3487
1,04	5,03	59,75	0,1064	1,252	0,3636
1,06	5,03	59,75	0,1041	1,252	0,3619
Stdabw:				0,00628	<b>0,3591</b>
0,52	5,04	59,75	0,1673	0,6485	0,3511
0,54	5,06	59,75	0,1594	1,149	0,3391
0,54	5,11	59,75	0,1834	1,149	0,3433
0,52	5,11	59,75	0,1660	1,149	0,3380
0,55	5,10	59,75	0,1818	1,149	0,3474
Stdabw:				0,00554	<b>0,3438</b>

Tabelle 14: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polyethylen höherer Dichte (PE-HD)

h (mm)	d (mm)	m <sub>Gallium</sub> (mg)	Q/ΔT (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	Q <sub>0</sub> /ΔT <sub>0</sub> (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	λ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
2,04	6,04	69,59	0,06821	0,5074	0,3552
2,03	6,00	69,59	0,06547	0,6713	0,3625
2,05	6,05	69,59	0,06189	0,6713	0,3383
2,05	6,01	69,59	0,06794	0,6713	0,3801
2,04	6,03	59,75	0,07680	0,8549	0,3501
Stdabw:				0,0155	<b>0,3572</b>
1,05	6,08	69,59	0,1053	0,5074	0,3344
1,03	6,07	59,75	0,1290	1,496	0,3002
1,02	6,05	59,75	0,1268	1,496	0,2937
1,04	6,06	59,75	0,1287	1,496	0,3034
1,00	6,06	59,75	0,1091	1,496	0,2680
Stdabw:				0,0237	<b>0,3000</b>
2,03	5,00	59,75	0,06578	1,589	0,4239
2,03	5,02	59,75	0,06563	1,568	0,4198
2,02	5,00	59,75	0,06630	1,568	0,4255
2,03	5,00	59,75	0,06500	1,568	0,4189
2,03	5,02	59,75	0,06550	1,568	0,4189
Stdabw:				0,0031	<b>0,4214</b>
1,02	5,04	59,75	0,1152	1,324	0,3911
1,02	5,03	59,75	0,1124	1,149	0,3767
1,04	5,06	59,75	0,1251	1,589	0,4196
1,04	5,04	59,75	0,1206	1,589	0,4065
1,03	5,04	59,75	0,1218	1,589	0,4069

			Stdabw:	0,0165	<b>0,4002</b>
0,48	5,12	59,75	0,2264	1,681	0,3645
0,50	5,02	59,75	0,1939	1,376	0,3407
0,52	5,01	59,75	0,1943	1,376	0,3545
0,51	5,00	59,75	0,2085	1,376	0,3789
0,51	5,01	59,75	0,2110	1,376	0,3827
			Stdabw:	0,0173	<b>0,3642</b>

Tabelle 15: DSC: Massen und Wassergehalte der trockenen und eingewässerten Polyamid 6 Probekörper

2mm	m <sub>RT</sub> (mg)	X <sub>H<sub>2</sub>O</sub> (%)	m <sub>eingewässert</sub> (mg)	X <sub>H<sub>2</sub>O</sub> (%)
	48,63	2,1	50,98	6,61
	48,69	2,1	50,95	6,44
	48,81	2,1	51,03	6,36
	46,71	2,1	48,68	6,06
	46,11	2,1	49,23	6,40
<b>1mm</b>				<b>6,38</b>
	24,27	2,1	25,96	8,47
	23,80	2,1	25,37	8,16
	24,24	2,1	25,90	8,37
	26,27	2,1	28,14	8,61
	26,11	2,1	28,05	8,87
<b>0,5mm</b>				<b>8,51</b>
	12,36	2,1	13,06	7,35
	11,49	2,1	12,21	7,87
	12,18	2,1	12,95	7,92
	12,06	2,1	12,82	7,90
	10,96	2,1	11,69	8,21
				<b>7,84</b>

Tabelle 16: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polyamid 6 (PA6) gelagert mit niedrigem Wassergehalt

h (mm)	d (mm)	m <sub>Gallium</sub> (mg)	Q/ΔT (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	Q <sub>0</sub> /ΔT <sub>0</sub> (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	λ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
2,03	5,13	59,75	0,04506	1,376	0,2734
2,05	5,11	59,75	0,04807	1,376	0,2975
2,02	5,27	59,75	0,04898	1,376	0,2810
2,04	4,91	59,75	0,04307	1,681	0,2846
2,07	5,15	59,75	0,04814	1,681	0,2943
			Stdabw:	0,0098	<b>0,2861</b>
1,04	5,12	59,75	0,08141	1,202	0,2636
1,04	5,05	59,75	0,09879	1,202	0,3339
1,05	5,03	59,75	0,09272	1,202	0,3172
1,05	5,30	59,75	0,10090	1,202	0,3132
1,08	5,14	59,75	0,09658	1,202	0,3266
			Stdabw:	0,0277	<b>0,3109</b>
0,51	5,09	59,75	0,1642	1,681	0,2725
0,49	5,07	59,75	0,1825	1,681	0,2969
0,52	5,08	59,75	0,1778	1,681	0,3048
0,53	5,07	59,75	0,1762	1,775	0,3068
0,48	5,06	59,75	0,1908	1,775	0,3235
			Stdabw:	0,0186	<b>0,3009</b>

Tabelle 17: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polyamid 6 (PA6) mit höherem Wassergehalt

h (mm)	d (mm)	m <sub>Gallium</sub> (mg)	Q/ΔT (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	Q <sub>0</sub> /ΔT <sub>0</sub> (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	λ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
2,03	5,13	59,75	0,05378	1,775	0,3255
2,05	5,11	59,75	0,04688	1,775	0,2876
2,02	5,27	59,75	0,04767	1,775	0,2710
2,04	4,91	59,75	0,04834	1,775	0,3199
2,07	5,15	59,75	0,04699	1,775	0,2865
Stdabw:				0,0234	<b>0,2981</b>
1,04	5,12	59,75	0,1028	0,8666	0,3352
1,04	5,05	59,75	0,1022	0,8666	0,3465
1,05	5,03	59,75	0,09752	0,8666	0,3351
1,05	5,30	59,75	0,1035	0,8666	0,3221
1,08	5,14	59,75	0,1016	0,8666	0,3451
Stdabw:				0,0098	<b>0,3368</b>
0,51	5,09	59,75	0,1722	1,580	0,2894
0,49	5,07	59,75	0,1652	1,580	0,2675
0,52	5,08	59,75	0,1785	1,580	0,3084
0,53	5,07	59,75	0,1425	1,580	0,2457
0,48	5,06	59,75	0,1944	1,580	0,3161
Stdabw:				0,0138	<b>0,2954</b>

Tabelle 18: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Kohlefaserverbund (CFK) mit horizontaler Faserrichtung

h (mm)	d (mm)	m <sub>Gallium</sub> (mg)	Q/ΔT (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	Q <sub>0</sub> /ΔT <sub>0</sub> (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	λ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
2,02	5,18	59,75	0,1232	1,580	0,7653
2,06	5,16	59,75	0,1154	1,117	0,7574
1,98	4,98	59,75	0,1222	1,261	0,8218
1,97	5,05	59,75	0,1324	1,261	0,8693
1,98	5,20	59,75	0,1215	1,117	0,7594
Stdabw:				0,050	<b>0,7947</b>
1,01	5,01	59,75	0,2024	1,261	0,7381
1,00	5,02	59,75	0,2245	1,117	0,8482
0,98	5,09	59,75	0,2072	1,261	0,7135
1,01	5,05	59,75	0,2073	1,261	0,7475
1,01	5,00	59,75	0,2161	1,117	0,8015
Stdabw:				0,054	<b>0,7697</b>
0,52	4,98	59,75	0,2954	1,308	0,6087
0,52	5,16	59,75	0,2657	1,308	0,4954
0,50	5,08	59,75	0,2581	1,308	0,4739
0,52	5,12	59,75	0,2076	1,308	0,3724
0,51	4,92	59,75	0,3025	1,308	0,6307
Stdabw:				0,106	<b>0,5162</b>

Tabelle 19: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Kohlefaserverbund (CFK) mit vertikaler Faserrichtung

h (mm)	d (mm)	m <sub>Gallium</sub> (mg)	Q/ΔT (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	Q <sub>0</sub> /ΔT <sub>0</sub> (W·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	λ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
1,98	5,18	59,75	0,4946	1,606	4,012
2,02	5,12	59,75	0,2885	1,606	2,062
2,03	5,03	59,75	0,4954	1,606	4,372
2,10	4,98	59,75	0,3632	1,606	3,023
1,97	5,04	59,75	0,5466	1,308	5,540
Stdabw:				1,325	<b>3,802</b>
1,03	5,10	59,75	0,5446	1,606	2,482
1,02	5,02	59,75	0,4382	1,363	1,989
1,02	5,03	59,75	0,5281	1,363	2,644
1,02	5,00	59,75	0,5935	1,363	3,263
1,01	5,09	59,75	0,3968	1,363	1,660
Stdabw:				0,618	<b>2,408</b>
0,50	5,05	59,75	0,4525	1,515	0,962
0,50	5,07	59,75	0,5272	1,515	1,197
0,49	5,05	59,75	0,8693	1,515	2,981
0,48	4,95	59,75	0,7874	1,515	2,443
0,48	4,96	59,75	0,7449	1,515	2,175
Stdabw:				0,852	<b>1,952</b>

## 6.4. MDSC

Tabelle 20: MDSC: Probekörpermassen und -geometrien

	L (mm)	m <sub>3,5mm</sub> (mg)	m <sub>0,4mm</sub> (mg)	d <sub>3,5mm</sub> (mm)
PS	3,50	75,65	8,35	5,10
PP	3,53	67,12	7,85	5,20
PE-LD	3,51	65,33	8,45	5,05
PE-LD/PE-HD	3,52	71,06	8,45	5,15
PE-HD	3,50	70,21	8,54	5,10
PA6	3,51	81,64	10,44	5,11

Tabelle 21: MDSC: Messwerte für Wärmeleitfähigkeitsberechnung mit  $\lambda_r=0,1539\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  und PS Referenzen

	C <sub>3,5mm</sub> (mJ·K <sup>-1</sup> )			C <sub>p,0,4mm</sub> (J·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )			$\lambda_o$ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	D	$\lambda$ (W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
PS	38,73	39,11	39,30	1,326	1,275	1,285		0,0239	
PE-LD	71,01	54,94	56,05	2,262	2,160	2,044	0,3608	-	<b>0,3111</b>
PS	38,73	39,11	39,30	1,340	1,361	1,277		0,0238	
PE-HD	64,66	70,99	67,44	1,797	1,899	1,816	0,4723	-	<b>0,4233</b>
PS	38,73	39,11	39,30	1,330	1,266	1,251		0,0268	
PE-LD/HD	67,26	67,40	67,44	1,923	1,948	1,928	0,4373	-	<b>0,3817</b>
PS	38,73	39,11	39,30	1,326	1,275	1,251		0,0267	
PP	50,47	50,81	53,56	1,764	1,708	1,733	0,2955	-	<b>0,3562</b>
PS	38,73	39,11	39,30	1,345	1,319	1,230		0,0257	
PA6	64,12	66,59	73,50	1,685	1,679	1,667	0,4096	-	<b>0,2391</b>



## 6.5. Thermografie

Tabelle 22: Thermografie: gemessene Zeit-, Temperaturgrößen zur Wärmeleitfähigkeitsberechnung mit PS und PE-HD

$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\lambda \text{ (W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}\text{)}$
PE-HD	32	34	33	35	33	0,4538
PS	44	49	45	45	43	0,1644
PE-LD	40	44	43	42	41	<b>0,242±0,0226</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	
PE-HD	50	53	52	51	51	0,4538
PS	70	70	68	67	68	0,1644
PE-LD	61	64	63	62	61	<b>0,272±0,0177</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	
PE-HD	62	67	64	62	63	0,4538
PS	91	88	87	85	86	0,1644
PE-LD	75	80	79	77	77	<b>0,284±0,0246</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	
PE-HD	31	33	32	33	32	0,4538
PS	44	42	42	43	42	0,1644
PE-LD/PE-HD	36	38	36	36	36	<b>0,337±0,0267</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	
PE-HD	48	48	48	49	48	0,4538
PS	69	68	64	64	65	0,1644
PE-LD/PE-HD	55	57	54	54	54	<b>0,346±0,0140</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	
PE-HD	60	60	60	61	60	0,4538
PS	83	82	81	82	82	0,1644
PE-LD/PE-HD	69	69	67	67	67	<b>0,352±0,0149</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	
PE-HD	33	34	34	34	33	0,4538
PS	46	45	44	42	42	0,1644
PP	42	43	42	42	41	<b>0,215±0,0330</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	
PE-HD	50	52	51	50	50	0,4538
PS	69	68	67	65	67	0,1644
PP	62	64	64	64	65	<b>0,224±0,0341</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	
PE-HD	61	63	63	61	62	0,4538
PS	88	85	87	85	84	0,1644
PP	78	81	81	81	79	<b>0,234±0,0233</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	
PE-HD	32	33	33	32	32	0,4538
PS	43	43	42	43	43	0,1644
PA6	44	45	44	45	45	<b>0,114±0,0144</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	
PE-HD	48	49	48	48	48	0,4538
PS	67	70	68	66	66	0,1644
PA6	65	64	65	65	66	<b>0,201±0,0314</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	
PE-HD	59	60	59	59	59	0,4538
PS	86	82	83	84	82	0,1644
PA6	78	78	79	79	79	<b>0,222±0,0180</b>

$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	
PE-HD	31	31	32	31	31	0,4538
PS	41	42	43	43	40	0,1644
CFK_HOR	27	28	28	28	28	<b>0,546±0,0180</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	
PE-HD	47	47	48	48	48	0,4538
PS	64	64	66	63	65	0,1644
CFK_HOR	40	42	41	41	40	<b>0,571±0,0208</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	
PE-HD	58	58	59	58	59	0,4538
PS	80	83	84	81	82	0,1644
CFK_HOR	51	50	50	50	50	<b>0,554±0,0088</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	
PE-HD	33	32	32	31	31	0,4538
PS	40	42	40	40	39	0,1644
CFK_VER	17	16	17	17	17	<b>0,971±0,0847</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	
PE-HD	47	48	47	48	46	0,4538
PS	62	64	62	62	61	0,1644
CFK_VER	26	25	26	25	26	<b>0,871±0,0341</b>
$\Delta t/\Delta T$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	
PE-HD	59	59	60	59	59	0,4538
PS	79	79	78	77	77	0,1644
CFK_VER	32	31	32	31	32	<b>0,879±0,0270</b>

Tabelle 23: Thermografie: gemessene Zeit-, Temperaturgrößen zur Wärmeleitfähigkeitsberechnung mit PS-Kreide Verbund

PE-LD	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	33	33	34	33	33	33,2
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	48	47	48	47	48	47,6
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	60	59	60	59	60	59,6
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	73	72	72	71	72	72
PE-LD/PE-HD	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	30	29	30	29	31	29,8
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	42	42	43	42	43	42,4
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	52	52	53	51	53	52,2
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	61	61	62	61	62	61,4
PE-HD	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	27	27	26	26	26	26,4
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	38	39	38	38	38	38,2
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	47	47	47	46	47	46,8
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	55	55	55	55	56	55,2
PP	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	34	35	33	34	34	34
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	48	48	48	50	49	48,4
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	60	61	61	62	61	61
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	71	73	72	73	74	72,6
PS	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	37	35	39	38	37	37,2
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	54	53	54	55	54	54
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	68	66	68	69	67	67,6

Anhang

$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	80	81	82	83	81	81,4
PS(5%)	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	35	35	35	36	37	35,6
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	53	52	52	53	54	52,8
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	66	65	66	66	68	66,2
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	80	78	82	80	83	80,6
PS(10%)	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	36	34	35	36	35	35,2
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	51	52	51	52	52	51,6
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	64	65	64	66	65	64,8
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	79	79	77	81	79	79
PS(15%)	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	35	35	35	36	35	35,2
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	50	51	51	51	51	50,8
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	63	64	64	63	63	63,4
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	75	76	76	76	75	75,6
PS(20%)	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	35	36	35	35	34	35
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	51	51	51	51	50	50,8
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	62	62	63	64	63	62,8
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	74	75	77	78	76	76
PS(25%)	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	34	35	35	34	36	34,8
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	51	52	51	51	51	51,2
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	63	63	63	64	63	63,2
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	77	77	76	77	77	76,8
PS(30%)	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	34	34	33	34	34	33,6
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	50	50	49	49	50	49,6
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	62	62	62	61	63	62
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	76	76	74	74	75	75
CFK_VER	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	15	18	18	18	18	17,4
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	24	26	25	25	25	25
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	30	30	30	30	30	30
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	34	34	34	34	35	34,8
CFK_HOR	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	8	8	8	8	8	8
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	11	11	11	11	11	11
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	13	14	14	13	14	13,6
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	16	16	15	16	16	15,8
PA6	$t_1$ (s)	$t_2$ (s)	$t_3$ (s)	$t_4$ (s)	$t_5$ (s)	Mittelwert
$\Delta t/\Delta 1^\circ\text{C}$	35	35	36	35	35	35,2
$\Delta t/\Delta 3^\circ\text{C}$	50	51	50	50	50	50,2
$\Delta t/\Delta 5^\circ\text{C}$	63	63	63	63	62	62,8
$\Delta t/\Delta 7^\circ\text{C}$	75	76	74	74	76	75

## 6.6. Messanleitung DSC

- Messvorbereitung:
  - Erstellung von fünf zylindrischen Probekörpern mit  $d_{\text{Probekörper}} = d_{\text{Messpodest}}$  (TA-Instruments Q20:  $d = 5\text{mm}$ ) und  $h = 2\text{mm}$
  - Zurechtschleifen der Oberflächen mit Schleifpapier, Körnung P1000
  - Abmessen des Durchmessers und der Höhe  $\pm 0,02\text{mm}$
  - Kalibrieren des Messgerätes auf eine Temperatursteigung von  $0,5\text{K/min}$  von  $140\text{-}160^\circ\text{C}$  mit  $\sim 7\text{mg}$  zu flacher Scheibe gedrücktem Indium
  - Beschichten von zwei TA-Instruments Messtiegeln mit schwarzem Permanentmarker und bestimmen der Tiegelmassen
  - Benetzung der Unterseite der Tiegel und Probekörper vor den folgenden Messungen mit je kleinen Mengen Silikonöl ( $\mu = 350\text{ mPa}\cdot\text{s}$ )
  - Einwaage von  $\sim 60\text{mg}$  99,9999% reinem Gallium mit regelmäßiger Form und mittiges Platzieren des Galliums in einem Messtiegel

- Messung:
  - Einsetzen von Mess-, und Referenztiegel in die DSC und erhitzen der Tiegel auf  $50^\circ\text{C}$  für 10 Minuten um das Gallium aufzuschmelzen
  - Erstellung der Referenzkurve ohne Probekörper nach folgendem Temperaturprogramm:

Steigung	Temperaturintervall
-10K/min	$30^\circ\text{C}$ bis $-10^\circ\text{C}$
5min isotherm	$-10^\circ\text{C}$
10K/min	$-10^\circ\text{C}$ bis $20^\circ\text{C}$
5K/min	$20^\circ\text{C}$ bis $26^\circ\text{C}$
2min isotherm	$26^\circ\text{C}$
0,5K/min	$26^\circ\text{C}$ bis $40^\circ\text{C}$
-5K/min	$40^\circ\text{C}$ bis $-10^\circ\text{C}$

- Ablesen der Referenzsteigung ( $\dot{Q}_0/\Delta T_0$ ) des Schmelzpeaks bei Auftragen des Wärmestroms über die Temperatur
  - Gleiches Temperaturprogramm mit Probekörper zwischen Messpodest und Messtiegel
  - Aufpassen auf mittiges Platzieren des Probekörpers, gleichbehalten der Ausrichtung des Galliums bei Unregelmäßigkeiten in der Form und vermeiden von Lufteinschlüssen an Kontaktflächen
  - Ablesen der Steigung ( $\dot{Q}/\Delta T$ ) des Schmelzpeaks mit Probekörper bei Auftragen des Wärmestroms über die Temperatur
- Auswertung:
  - Einsetzen der gemessenen Steigungen sowie der Probekörperhöhe ( $h$ ) und -fläche ( $A$ ) in:

$$\lambda = \frac{h}{A \cdot \left( \frac{\Delta T}{\dot{Q}} - \frac{\Delta T_0}{\dot{Q}_0} \right)}$$

- Messung von fünf Probekörpern des gleichen Materials und errechnen des Mittelwerts der Wärmeleitfähigkeiten

## 6.7. Messanleitung MDSC

- Messvorbereitung:
  - Erstellen von zwei zylindrischen Probekörpern pro Material mit  $d = 6\text{mm}$   $h = 0,4\text{mm}$  und  $d = 6\text{mm}$   $h = 3,5\text{mm}$  inkl. Polystyrol als Referenzmaterial
  - Zurechtschleifen der Oberflächen mit Schleifpapier, Körnung P1000
  - Kalibrieren der Temperatursteigung von  $1\text{K}/\text{min}$  und des Wärmestromsignals von  $150\text{--}160^\circ\text{C}$  mit  $\sim 7\text{mg}$  Indium
  - Kalibrieren der Wärmekapazität mit einer Saphirscheibe  $\sim 22\text{mg}$  bei gleichen Messparametern wie bei den Messungen danach
  - Verschließen der dünnen Probekörper mit TA-Instruments Standard Tiegel und Deckel
  - Erfassen der Massen der Probekörper sowie Tiegel
  - Platzieren der dicken Probekörper auf einem Aluminiumtiegel und benetzen des Aluminiumtiegels und der Probekörperunterseite mit Silikonöl ( $\mu = 350\text{ mPa}\cdot\text{s}$ )
- Messung:
  - Messparameter:

Amplitude	±0,5K
Periode	80s
Lineare Heizrate	1°C/min
Temperaturbereich	25-30°C
Isotherm 30°C	15min

- Messung der dünnen Polystyrol-Referenz gegen Referenztiegel + Deckel
- Messung des dünnen Probekörpers gegen Referenztiegel + Deckel
- Messung der dicken Polystyrol-Referenz gegen Referenztiegel mit Silikonöl
- Messung des dicken Probekörpers gegen Referenztiegel mit Silikonöl
- Auswertung:
  - Bestimmung der Masse ( $m$ ) und der Höhe ( $h$ ) der dicken PS-Referenz
  - Ablesen der spezifischen Wärmekapazität der dünnen PS-Referenz ( $c_p$ ) und der scheinbaren Wärmekapazität der dicken PS-Referenz ( $c$ ) aufgetragen über die Zeit
  - Errechnen der beobachteten Wärmeleitfähigkeit ( $\lambda_o$ ) des Polystyrols nach:

$$\lambda_o = \frac{8 \cdot h \cdot c^2}{c_p \cdot m \cdot d^2 \cdot P}$$

### P...Periode

- Auslesen der Referenzwärmeleitfähigkeit ( $\lambda_r$ ) des Polystyrols bei gegebener Temperatur aus der Normtabelle und errechnen des Korrekturfaktors ( $D$ ) nach:

$$D = (\lambda_o \cdot \lambda_r)^{\frac{1}{2}} - \lambda_r$$

- Errechnen der beobachteten Wärmeleitfähigkeit ( $\lambda_o$ ) des Probekörpers äquivalent zu PS
- Errechnen der wahren Wärmeleitfähigkeit des Probekörpers nach:

$$\lambda = \frac{[\lambda_o - 2D + (\lambda_o - 4D\lambda_o)^{\frac{1}{2}}]}{2}$$

## 7. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Vergleich der Messparameter der Messverfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit .....	24
Tabelle 2: Auflistung der Wärmeleitfähigkeiten verschiedener Literaturquellen .....	25
Tabelle 3: Produktbeschreibungen der verwendeten Geräte.....	31
Tabelle 4: Verwendete Materialien mit ihren Bezeichnungen und Herstellern .....	31
Tabelle 5: DSC: Temperaturprogramm für Referenz- und Messkurve.....	37
Tabelle 6: DSC: Kalibriergerade mit variierenden Parametern .....	47
Tabelle 7: Symbol- und Abkürzungserklärungen.....	71
Tabelle 8: Heißpresse: Parameter für das Pressen von 14x8cm Platten mit der Heißpresse Collin (P200 P) .....	72
Tabelle 9: LFA: Messparameter zur Wärmeleitfähigkeitsberechnung.....	73
Tabelle 10: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polystyrol (PS).....	74
Tabelle 11: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polypropylen (PP) .....	74
Tabelle 12: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen Polyethylen niedriger Dichte (PE-LD) ....	75
Tabelle 13: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polyethylen mittlerer Dichte (PE-LD/PE-HD) .....	76
Tabelle 14: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polyethylen höherer Dichte (PE-HD) .....	76
Tabelle 15: DSC: Massen und Wassergehalte der trockenen und eingewässerten Polyamid 6 Probekörper .....	77
Tabelle 16: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polyamid 6 (PA6) gelagert mit niedrigem Wassergehalt .....	77
Tabelle 17: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Polyamid 6 (PA6) mit höherem Wassergehalt .....	78
Tabelle 18: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Kohlefaserverbund (CFK) mit horizontaler Faserrichtung .....	78
Tabelle 19: DSC: Messwerte und Probekörperabmessungen von Kohlefaserverbund (CFK) mit vertikaler Faserrichtung .....	79
Tabelle 20: MDSC: Probekörpermassen und -geometrien.....	80
Tabelle 21: MDSC: Messwerte für Wärmeleitfähigkeitsberechnung mit $\lambda_r=0,1539\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ und PS Referenzen.....	80
Tabelle 22: Thermografie: gemessene Zeit-, Temperaturgrößen zur Wärmeleitfähigkeitsberechnung mit PS und PE-HD.....	81
Tabelle 23: Thermografie: gemessene Zeit-, Temperaturgrößen zur Wärmeleitfähigkeitsberechnung mit PS-Kreide Verbund.....	82

## 8. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Thermischen Ausdehnungskoeffizienten über die Wärmeleitfähigkeit [4].....	10
Abbildung 2: Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von Kunststoffen [12] .....	13
Abbildung 3: Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von (a) PE-HD und (b) PE-LD [10] .....	13
Abbildung 4: Vergleich der Wärmeleitfähigkeit von Dämmstoffen [14] .....	15
Abbildung 5: Abhängig der Compouneigenschaften vom Füllgrad [16] .....	16
Abbildung 6: LFA: Laserimpuls Temperatursignalauswertung [20] .....	18
Abbildung 7: DSC: Tiegelanordnung bei Wärmestromprinzip nach Norm[27] .....	20
Abbildung 8: DSC: Auswertung der Wärmestromsignals über die Temperatur [27] .....	21
Abbildung 9: Polystyrol [42] .....	26
Abbildung 10: Polypropylen [44].....	26
Abbildung 11: Polyethylen [45] .....	27
Abbildung 12: Polyamid PA6 [46].....	28
Abbildung 13: Wärmeleitfähigkeit eines CFK waagrecht zur Faserrichtung nach Faseranteil [49] .....	29
Abbildung 14: Wärmeleitfähigkeit eines CFK mit der Faserrichtung nach Faseranteil [49] .....	30
Abbildung 15: Heißpresse: Temperatureinstellungen bei Probepplattenherstellung .....	32
Abbildung 16: Heißpresse: Druckeinstellungen bei Probepplattenherstellung .....	33
Abbildung 17: Aluminium-Gallium Phasendiagramm .....	38
Abbildung 18: Thermografie: Versuchsaufbau zur Wärmeleitfähigkeitsbestimmung.....	43
Abbildung 19: Thermografie: Polystyrolplatten mit steigendem Kreidepulvergehalt von 5% (links) bis 30% (rechts) .....	44
Abbildung 20: LFA: gemessene Temperaturleitfähigkeiten und errechnete Wärmeleitfähigkeiten ....	45
Abbildung 21: DSC: Wärmeleitfähigkeit von PE-HD nach Probekörpergeometrie .....	48
Abbildung 22: DSC: Wärmeleitfähigkeiten nach Probekörperhöhe mit $d = 5\text{mm}$ und Material im Vergleich mit den LFA Referenzwerten .....	48
Abbildung 23: DSC: Vergleich Probekörpergeometrie mit Tiegel und Messpodest .....	49
Abbildung 24: DSC: Zusammenhang von Dichte und Wärmeleitfähigkeit am Beispiel von PE .....	51
Abbildung 25: DSC: Einfluss des Wassergehalts auf die Wärmeleitfähigkeit von Polyamid 6 .....	53
Abbildung 26: DSC: Wärmeleitfähigkeitsunterschiede nach Faserorientierung von Verbundwerkstoffen.....	54
Abbildung 27: DSC: Einfluss der Tiegelausrichtung auf Gallium-Referenzkurven.....	56
Abbildung 28: DSC: Überlagerung der Wärmestromkurven von PE-LD Probekörper gleicher Geometrie .....	57
Abbildung 29: DSC: Messtiegel unbeschichtet (l), beschichtet (m) und mit Galliumeinwaagen aus zwei Galliumkörnern (r) .....	58
Abbildung 30: MDSC: Vergleich der gemessenen Wärmeleitfähigkeiten mit Referenzwerten.....	60
Abbildung 31: Thermografie: Temperaturverlauf von PP(1), PE-HD(2), PS(3), Dämmmaterial (4,5,6) .....	63
Abbildung 32: Thermografie: Wärmeleitfähigkeiten durch Interpolation mit PS- und PE-HD- Referenzen.....	64
Abbildung 33: Thermografie: Temperaturanstieg pro Zeitintervall nach Wärmeleitfähigkeit der Probekörper .....	65
Abbildung 34: Thermografie: Interpolation der Wärmeleitfähigkeiten mit LFA Referenzwerten.....	66
Abbildung 35: Zusammenfassender Vergleich der Wärmeleitfähigkeiten der Messmethoden über die LFA-Referenzwerte; DSC ( $d=5\text{mm}$ , $h=2\text{mm}$ ).....	68

## 9. Literaturverzeichnis

1. Lüdecke C, Lüdecke D (2020) Thermodynamik. Physikalisch-chemische Grundlagen für Naturwissenschaftler und Ingenieure der thermischen Verfahrenstechnik, 2. Aufl. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg
2. Hannoschöck N (2018) Wärmeleitung und -transport. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg
3. Riesen R (2005) Einfache Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Polymeren mittels DSC. Mettler-Toledo
4. Ashby MF (2017) Materials selection in mechanical design. Butterworth-Heinemann an imprint of Elsevier, Oxford
5. Sprenger E (2016) Taschenbuch für Heizung + Klimatechnik, 78. Aufl. DIV Deutscher Industrieverlag, München
6. Fleig J (2020) Hochleistungskeramik. Skriptum, Technische Universität Wien
7. Spektrum Lexikon der Physik (1998) Wiedemann-Franz-Gesetz. <https://www.spektrum.de/lexikon/physik/wiedemann-franz-gesetz/15598>. Zugegriffen: 28. Mai 2021
8. Polymehr (2017) Werkstoff Richtwerte Tabelle
9. Suter D (2016) Einführung in die Festkörperphysik. TU Dortmund
10. Domininghaus H, Elsner P, Eyerer P, Hirth T (2012) Kunststoffe. Eigenschaften und Anwendungen, 8. Aufl. VDI-Buch. Springer, Berlin, Heidelberg
11. Eiermann K (1964) Modellmäßige Deutung der Wärmeleitfähigkeit von Hochpolymeren, Bd 198
12. Michaeli W (1991 // 2009) Extrusionswerkzeuge für Kunststoffe und Kautschuk. Bauarten, Gestaltung und Berechnungsmöglichkeiten, 3. Aufl. Hanser, München
13. El Hatow L (2006) Utilization of Thermoplastic rejects with different reinforcing elements in the production of manhole covers. doi:10.13140/RG.2.1.5043.4803
14. Nierobis L (2003) Einteilung und Eigenschaften von Dämmstoffen. <http://www.waermedaemmstoffe.com/htm/eigenschaften.htm>. Zugegriffen: 17. August 2021
15. Kümmer T, Bonnet M (2020) Kunststoffhandbuch für Dummies, 1. Aufl. Lernen einfach gemacht. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim
16. Grundler M, Stannek P, Heinzel A (2019) Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit an hochgefüllten Graphit-Polymer Compounds mittels 3 verschiedener Messsysteme, Zentrum für Brennstoffzellentechnik Duisburg
17. Filk T (2014) Perkolationstheorie. Spektrum Lexikon der Physik
18. Roempp Thieme (2021) Wasser. <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-23-00264?searchterm=wasser&context=search>. Zugegriffen: 01. Juli 2021
19. Deutsche Norm DIN EN ISO 22007-4 Kunststoffe - Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der Temperaturleitfähigkeit. Teil 4: Laserblitzverfahren



20. NETZSCH (2021) Laser Flash-Technik (LFA). <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/de/contract-testing/methoden/laser-flash-technik-lfa/>. Zugegriffen: 08. November 2021
21. Linseis Thermal Analysis (2019) Laser Flash Analysis - LFA 1000
22. NETZSCH Analysieren & Prüfen (2021) Guarded Hot Plate (GHP). <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/de/contract-testing/methoden/guarded-hot-plate-ghp/>. Zugegriffen: 11. November 2021
23. Thermtest Instruments (2021) Thermal Conductivity Testing and Measurement Services. <https://thermtest.com/testing-services/thermal-conductivity>. Zugegriffen: 27. Mai 2021
24. Deutsche Norm DIN EN ISO 22007-2 Kunststoffe - Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der Temperaturleitfähigkeit. Teil 2: Transientes Flächenquellenverfahren (Hot-Disk-Verfahren)
25. Humboldt Universität zu Berlin (2021) Investigation of Polymers with Differential Scanning Calorimetry. Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät I, Institut für Physik
26. Deutsche Norm DIN EN 11357-1 Kunststoffe - Dynamische Differenz Kalorimetrie. Teil 1: Allgemeine Grundlagen
27. Deutsche Norm DIN EN ISO 11357-8 Kunststoffe- Dynamische Differenz-Thermoanalyse (DSC). Teil 8: Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit
28. Verdonck E, Dreezen G (2021) Thermal Conductivity Measurements of Conductive Epoxy Adhesives by MDSC, TA-Instruments
29. ASTM International (2017) E1952-17 Standard Test Method for Thermal Conductivity and Thermal Diffusivity by Modulated Temperature Differential Scanning Calorimetry. ASTM International, West Conshohocken, PA
30. Infratec (2004) Einführung in Theorie und Praxis der Infrarot-Thermografie
31. Fraunhofer-Gesellschaft (2021) Aktive Wärmefluss-Thermographie zur Qualitätssicherung. <https://www.vision.fraunhofer.de/de/technologien-anwendungen/technologien/waermefluss-thermographie/aktive-waermefluss-thermographie.html>. Zugegriffen: 11. November 2021
32. Polymehr (2015) Technisches Datenblatt Polyamid6 PA6
33. KERN GmbH (2021) Technisches Datenblatt Polyethylen hoher Dichte PE-HD. [https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polyethylen-pe-hd?n=1411\\_1](https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polyethylen-pe-hd?n=1411_1). Zugegriffen: 03. Mai 2021
34. Wefapress Beck & Co. GmbH (2020) Technisches Datenblatt Polypropylen PP. <https://www.wefapress.com/sites/default/files/wim/downloads/de/PP-Datenblatt.pdf>. Zugegriffen: 03. Mai 2021
35. Amsler & Frey AG (2003) Technisches Datenblatt Polypropylen PP
36. S-Polytec GmbH (2021) Technisches Datenblatt PE-HD Platten
37. Amsler & Frey AG (2016) Technisches Datenblatt Polystyrol PS
38. Czichos H (Hrsg) (2000) Die Grundlagen der Ingenieurwissenschaften, 31. Aufl. VDI-Buch. Springer, Berlin
39. NETZSCH (2020) Thermische Größen von Kunststoffen

40. Goodfellow (2021) Datenblatt Polyethylen niedriger Dichte PE-LD. <http://www.goodfellow.com/de/groessere-mengen/polymere/polyethylen-niedrige-dichte-pe-ld/>. Zugegriffen: 20. Mai 2021
41. Auer Kunststofftechnik GmbH & Co. KG (2021) Technisches Datenblatt PE-LD natur 70093
42. Roempp Thieme (2021) Polystyrol. <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-16-03589?searchterm=polystyrol&context=search>. Zugegriffen: 03. Mai 2021
43. Georg A (2016) Kunststoff-Wissen für Einsteiger. Carl Hanser Verlag
44. Roempp Thieme (2021) Polypropylene. <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-16-03538?searchterm=polypropylen&context=search>. Zugegriffen: 03. Mai 2021
45. Roempp Thieme (2021) Polyethylene. <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-16-03243?searchterm=polyethylen&context=search>. Zugegriffen: 03. Mai 2021
46. Roempp Thieme (2021) Poly( $\epsilon$ -caprolactam)e. <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-16-03122?context=keyword&contextId=RD-16-00018#>. Zugegriffen: 03. Mai 2021
47. Röchling (2021) CFK / Kohlefaserverstärkte Kunststoffe. <https://www.roechling.com/de/industrial/produkte/duroplastische-kunststoffe/gfk-cfk/profile/cfk-/-kohlefaserverstaerkte-kunststoffe>. Zugegriffen: 06. Juli 2021
48. Rodriguez-Hortala M (2013) Characterisation of defects in carbon fibre reinforced polymer (CFRP) laminates and pultruded profiles. Dissertation, Technische Universität Wien
49. Bard S, Schönl F, Demleitner M, Altstädt V (2019) Influence of Fiber Volume Content on Thermal Conductivity in Transverse and Fiber Direction of Carbon Fiber-Reinforced Epoxy Laminates. Materials (Basel) 12(7). doi:10.3390/ma12071084
50. Cassel RB (2020) How Tzero technology improves DSC performance part III: The measurement of specific heat capacity
51. Monkiewitsch M von (2018) Untersuchungen zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit mittels dynamischer Differenzkalorimetrie. Tagung der AK-Thermophysik
52. Roempp Thieme (2006) Indium. <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-09-00516?searchterm=indium&context=search>. Zugegriffen: 15. November 2021
53. Roempp Thieme (2021) Gallium. <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-07-00102?searchterm=gallium+aluminium&context=search>. Zugegriffen: 26. Mai 2021
54. Roempp Thieme (2021) Aluminium. <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-01-01786?searchterm=aluminium&context=search>. Zugegriffen: 11. August 2021
55. FLIR-Infrarotkameras (2021) Emissionsgrad Tabelle. <https://www.flir-infrarotkameras.de/FLIR-Technik-und-Funktionen/Emissionsgrad-Tabelle>. Zugegriffen: 11. August 2021