SUCCESS THROUGH KNOWLEDGE

OPR ELASTOLABS
OUR KNOW-HOW. YOUR SUCCESS.

FACHAUFSATZ

Artikelserie „Prüfverfahren praxisgerecht anwenden“

Die Messung der Glasübergangstemperatur mit DSC – ein Standardverfahren bei Elastomeren

Erstveröffentlichung (Langversion): 07/2025

Abstract

Die Bestimmung der Glasübergangstemperatur mit der DSC-Methode (Differential Scanning Calorimetry) ist ein weltweit anerkanntes Prüfverfahren. Der Artikel beschreibt die Vorgänge in Polymeren und insbesondere in Elastomeren bei tiefen Temperaturen (Glaszustand, Kältekristallisation). Die Prüf- und Auswertemethodik bei Elastomeren und zwei wichtige DSC-Gerätetypen werden kurz erklärt. Nach der Vorstellung weltweit wichtiger Prüfnormen zur Bestimmung der Glasübergangstemperatur T_g wird auf die Interpretation der Messergebnisse aus Anwendersicht eingegangen. Auf Grund der Vielseitigkeit von DSC-Prüfgeräten und ihrem geringen Probekörperbedarf sind sie nicht nur in Laboren inzwischen fest etabliert.

Measuring the glass transition temperature with DSC – a standard procedure for elastomers
The determination of the glass transition temperature using DSC (Differential Scanning Calorimetry) is a globally recognised test method. The article describes the processes in polymers and especially in elastomers at low temperatures (glass state, cold crystallisation). The testing and evaluation methodology for elastomers and two important DSC device types are briefly explained. After the presentation of globally important test standards for determining the glass transition temperature T_g, the interpretation of the test results from the user's point of view is discussed. Due to the versatility of DSC testing devices and their small specimen requirement, they are now firmly established not only in laboratories.

1. Technisches Hintergrundwissen

Von den physikalischen analytischen Prüfmethoden für Elastomere ist die DSC-Prüfung (Differential Scanning Calorimetry[1]) die bekannteste und wahrscheinlich am häufigsten eingesetzte Prüfmethode. Sie wurde in den 1960er Jahren in den USA entwickelt und ist spätestens seit den 1980er Jahren in der Elastomerbranche fest etabliert. Mit relativ kleinen Probenmengen (5-20mg) lassen sich Aussagen zur Kristallinität, zu den Eigenschaften von Copolymeren und Blends, zur Vernetzung, zur Alterung bzw. dem Materialabbau und zur Glasumwandlungstemperatur machen. Für Standardprüfungen können Routinen erstellt werden, die von angelernten Kräften durchgeführt werden können. Einige Ergebnisse (wie z.B. Glasumwandlungstemperatur) können bereits von Personen mit Grundkenntnissen im Elastomerbereich verstanden werden. Allgemein gilt aber: Je mehr Fachwissen eine Person zu Elastomeren besitzt, umso mehr Gewinn und Erkenntnisse kann sie aus dieser Prüfmethode ziehen.

Dieser Artikel ist der innovative Gegenpart zum Artikel über klassische mechanische Kälteprüfungen und befasst sich deswegen nur mit der Ermittlung der Glasumwandlungstemperatur T_g mit Hilfe von DSC.

Autoren:
Dipl.-Ing.
Bernhard Richter,
Geschäftsführer, OPR Group GmbH
E-Mail:
bernhard.richter@oprgroup.de

Dipl.-Ing. (FH)
Ulrich Blobner,
Consultant, OPR Group GmbH

[1] Die deutsche Übersetzung für DSC lautet „Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK)“, wird aber in der Praxis so gut wie nie verwendet.

1.1 Was passiert mit Polymeren bei tiefen Temperaturen?

Kühlt man Elastomere stetig ab, kann man feststellen, dass das Material von einem elastischen erst in einen zähen, lederartigen und schließlich in einen *glasartigen Zustand* wechselt. Die Lage und Breite dieses Übergangsbereiches ist für jede Elastomermischung individuell verschieden.

Durchläuft ein Werkstoff diesen Übergangsbereich spricht man von einem „Einfrieren" des Materials. Auf molekularer Ebene sind im Glaszustand die Makro-Brownsche-Bewegung (bezieht sich auf die thermische Beweglichkeit ganzer Makromoleküle) und Mikro-Brownsche Bewegung (bezieht sich auf die Beweglichkeit von Seitenketten und Segmenten der Makromoleküle) eingefroren. Der Übergang eines Werkstoffes von der Gummielastizität bzw. der Entropieelastizität in den Glaszustand bzw. in die Energieelastizität wird häufig mit der sogenannten Glasübergangstemperatur T_g beschrieben. Da sich diese Temperatur noch im Übergangsbereich zum eigentlichen Glaszustand befindet, ist dies häufig eine Grenztemperatur, bei der eine Dichtung gerade noch funktioniert. Diese Grenztemperatur wird am besten mit der DSC-Prüfung (...) ermittelt, welche auf einem kalorimetrischen Messprinzip beruht und damit den thermodynamischen Zustand der Moleküle ausgezeichnet beschreiben kann. **Tab. 1** zeigt, wo diese Glasübergangstemperatur in Abhängigkeit des Rezepturaufbaus und der Polymerfamilie liegen kann. Dies erklärt anschaulich, warum sich Anwendender oft mit der richtigen Werkstoff- bzw. Rezepturauswahl schwertun. [2]

Basis-polymer	Anzahl gemes-sener Proben	Maximal gemessener Wert [°C]	Minimal gemesse-ner Wert [°C]	Spann-weite („range") [Kelvin]
NBR	34	-19	-73	54
EPDM	54	-45	-64	19
AEM	22	-32	-44	12
HNBR	45	-13	-46	33
FKM	35	-5	-46	41
FVMQ	20	-65	-68	3

Tab. 1: DSC-Glasübergangstemperaturen unterschiedlicher Polymerfamilien, ermittelt bei OPR Elastolabs: Innerhalb derselben Polymerfamilie kann die Glasübergangstemperatur je nach Rezepturaufbau sehr unterschiedlich sein, bei NBR beträgt die Spannweite sogar mehr als 50 Kelvin.

Die *Glasübergangstemperatur (T_g)* kann auch als *Glasumwandlungstemperatur* bezeichnet werden. Mitunter findet man im Kunststoffbereich ebenso den Begriff *Erweichungstemperatur*.[3] Manche sprechen auch von einem *Glasübergangspunkt*. Dieser Begriff ist aber zu vermeiden, da sich die Steifigkeit von Gummi bei dem ermittelten T_g -Wert nicht so schlagartig ändert wie die bei einem Phasenübergang von Wasser bei +1°C, welches schon bei -1°C zu Eis wird. Zutreffender ist von einem *Glasübergangsbereich* zu sprechen. Hinzu kommt, dass der T_g -Wert ein und desselben Elastomers um einige wenige Kelvin variieren kann, je nachdem mit welcher Methode er ermittelt wurde. Außerdem weist die Glasumwandlungstemperatur eine Abhängigkeit von der Kühl- bzw. Heizrate beim Prüfvorgang auf.

Elastomere werden in der Regel immer oberhalb ihres T_g, also im flexiblen Zustand, eingesetzt. Bei Kunststoffen hingegen, die auch zu den Polymeren gehören, gibt es beide Möglichkeiten. So werden z.B. PMMA („Plexiglas") oder PS (Polystyrol) unterhalb ihres T_g eingesetzt. Wir kennen diese Werkstoffe als spröde, die bei Schlagbeanspruchung brechen können. Bei PE oder PP ist es andersherum. Diese Werkstoffe brechen sehr schlecht und werden als zäh empfunden, da sie oberhalb ihres T_g eingesetzt werden.

Bei teilkristallinen Polymeren gibt es eine Besonderheit: Es setzt keine schleichende Erweichung wie bei amorphen Polymeren ein, sondern das Polymer wechselt relativ abrupt bei seiner Schmelztemperatur von fest in flüssig, da zuerst die ganze Energie darauf verwendet wird die Kristallstrukturen aufzulösen. "Bei amorphen Festkörpern hingegen wird sämtliche zugeführte Wärme verwendet, die Temperatur des Stoffes zu erhöhen, es gibt kein Kristallgitter, das zerstört werden muss."[4] Sie werden lediglich ab T_g schrittweise erweicht, während bei teilkristallinen Polymeren ab T_g tiefgreifendere mechanische/thermische und elektrische Veränderungen stattfinden. [5]

Bei manchen Elastomeren kann zusätzlich der Effekt einer *Kältekristallisation* auftreten, der zu einer weiteren Versteifung des Materials führt. Auch wenn die Elastomere allgemein als amorph charakterisiert sind, können

[2] RICHTER, Bernhard und BLOBNER, Ulrich: Dichtungsversagen bei tiefen Temperaturen – Es liegt nicht immer am Werkstoff! Artikel aus der Serie „Fachwissen Schadensanalyse von Elastomerbauteilen", 09/2021, S. 3f. Dokument digital verfügbar (zuletzt abgerufen am 13.3.2025): https://o-ring-prueflabor.de/wp-content/uploads/2024/09/fachwissen_schaden_kaelteverhalten.pdf

[3] Vgl. KRV (Kunststoffrohrverband e.V.), Hamm: WIPO Wissensportal: Schlagwort „Glasübergangstemperatur https://www.krv.de/artikel/glasuebergangstemperatur (Webseite zuletzt aufgerufen am 13.03.2025)

[4] Ebd.

[5] Vgl. SEPE, M.P.: Thermal Analysis of Polymers, Rapra Review Report 95, Vol. 8, Number 11, 1997, S. 6

sich doch innerhalb von begrenzten Bereichen mancher Polymere kristalline Sequenzen bilden, welche ähnliche Auswirkungen wie der Glaszustand auf die Dichtung haben. Molekular betrachtet kommt es durch die entstehenden kristallinen Bereiche zu einer Behinderung der Mikro-Brownschen-Bewegung, d.h. die Seitenketten und Kettenteile verlieren ihre Beweglichkeit. Die Kältekristallisation ist ebenso ein reversibler Vorgang, der durch Dynamik oder Wärme wieder rückgängig gemacht werden kann. „Am stärksten ausgeprägt ist die Neigung zur Kristallisation bei dem noch nicht verarbeiteten Polymerisat, etwas weniger stark bei den daraus hergestellten Mischungen und am geringsten bei den Vulkanisaten. Einige Mischungsbestandteile, wie manche Weichmacher und Harze, können – allerdings in Abhängigkeit von der Mischungsrezeptur – die Kristallisationsneigung relativ stark beeinflussen.“[6]

Dieser Effekt der Kristallisation wird meist im Zusammenhang mit NR und CR beschrieben, was aber für den klassischen Dichtungsanwender weniger von Bedeutung ist und eher für den Verarbeiter zum Problem werden kann. Praxisrelevanter für Dichtungsanwender ist aber die Kältekristallisation bei bestimmten EPDM- und HNBR-Rezepturen. So können bei EPDM-Polymeren ein hoher Ethylengehalt (z.B. 70%) bzw. lange Ethylensequenzen in der Polymerkette kristalline Sequenzen bilden, die zwischen 0°C und 80°C aufschmelzen und damit erst oberhalb dieses Temperaturbereiches ihre negative Auswirkung auf das Rückstellverhalten verlieren.[7] Vergleichbare Effekte gibt es auch beim HNBR.[8]

Die Versteifung durch Kältekristallisation setzt also bei höheren Temperaturen ein als die Versprödung durch den Glasübergang. Kristallisationsvorgänge sind außerdem nicht so schlagartig wie der Glasübergang, sondern benötigen längere Zeiträume. „Der (scheinbare) Endpunkt der Kristallisation kann je nach Lagerungsbedingungen in wenigen Minuten oder auch erst nach Monaten erreicht werden. Durch eine zusätzliche Verformung der Elastomerprobe während der Lagerung wird die Kristallisationsgeschwindigkeit bei bestimmten Elastomeren stark erhöht. Diese Erscheinung wird als Dehnungskristallisation bezeichnet, die auch bei einer Umgebungstemperatur von (23 ± 2) °C möglich ist.“[9]

Die Kristallisation ist außerdem stark abhängig von der Temperatur. So hat bspw. CR seine maximale Kristallisationsgeschwindigkeit bei -10°C, NR bei -25°C und Dimethyl-Silikon-Kautschuk bei -55°C.[10]

„Wegen der nur teilweisen Kristallisation der Elastomere kommt es u.a. nur zu einer Versteifung des Materials, nicht jedoch zu einer Versprödung.“[11] [12]

2. Das Verfahren in Kürze: Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK), besser bekannt als DSC[13]

Die DSC-Methode (Differential Scanning Calorimetry) misst Änderungen der spezifischen Wärmekapazität an Proben in Abhängigkeit von der Temperatur. Die spezifische Wärmekapazität macht eine Aussage über die Speicherfähigkeit von thermischer Energie. Sie gibt also an, welche Energie man einer bestimmten Masse eines Stoffes zuführen muss, um seine Temperatur um ein Kelvin zu erhöhen. (**Abb.1**)

Abb. 1: DSC-Prüfgerät: Unter der metallenen Haube mit dem schwarzen Griff befindet sich der Ofen. (Bild: OPR Elastolabs)

[6] KEMPERMANN, Th.: Baypren Chloropren-Kautschuk (CR) (Kap. 2) in: Bayer AG (Hrsg.): Handbuch für die Gummi-Industrie, Leverkusen, 1991, S. 51

[7] Vgl. ARLANXEO Handbook of synthetic rubber, Hüthig Verlag, 2020, S. 96, Fig. 8

[8] Vgl. MAGG, H.: Werkstoff auf Basis von hydriertem Nitrilkautschuk (HNBR): Polymerstruktur und Tieftem-peratureigenschaften in: KGK, 59. Jg., Heft 11, 2006, S. 596-603

[9] DIN 53545 (Ausgabe 2016-12): Prüfung von Kautschuk und Elastomeren – Bestimmung des Verhaltens von Elastomeren bei tiefen Temperaturen (Kälteverhalten) – Grundlagen und Prüfverfahren, S. 8

[10] Vgl. Ebd., S. 8, Tab.1

[11] Ebd., S. 8

[12] Die Abschnitte zur Kältekristallisation wurden entnommen von: RICHTER, Bernhard und BLOBNER, Ulrich: Dichtungsversagen bei tiefen Temperaturen – Es liegt nicht immer am Werkstoff! Artikel aus der Serie „Fachwissen Schadensanalyse von Elastomerbauteilen“, 09/2021, S. 3f. Dokument digital verfügbar (zuletzt abgerufen am 13.3.2025): https://o-ring-prueflabor.de/wp-content/uploads/2024/09/fachwissen_schaden_kaelteverhalten.pdf

[13] Der folgende Abschnitt enthält Textpassagen aus: SPRENGER, Bernd; RICHTER, Bernhard; BLOBNER, Ulrich: Physikalische analytische Prüfverfahren Artikel aus der Serie „Fachwissen Prüfverfahren für Elastomere“, 07/2016, S. 1 f., Dokument digital verfügbar: https://o-ring-prueflabor.de/wp-content/uploads/2024/09/fachwissen_physikal_analytik_07_2017.pdf

Dazu wird der Probekörper in der Regel auf -85°C heruntergekühlt, je nach verwendetem Kälteerzeuger und zu untersuchendem Material auch darunter, und mit einer definierten Geschwindigkeit [z.B. 10 oder 20 Kelvin/Minute] erwärmt. In der DSC-Analyse wird dann die Temperatur erfasst, ab welcher die eingefrorene und langsam wärmer werdende Probe ihre spezifische Wärmekapazität ändert, d.h. es wird der Temperaturbereich erfasst, in welchem die Molekülketten thermisch mobilisiert werden. Am Ende dieses Bereiches sind die Molekülketten gegeneinander verschiebbar und die Probe zeigt entropieelastisches Verhalten.

Zur genauen Bestimmung der Glasübergangstemperatur werden meistens folgende Methoden eingesetzt: Es wird die Temperatur verwendet, bei welcher die 1. Ableitung der DSC-Kurve ein Minimum erfährt oder es wird der Mittelwert aus den Grenztemperaturen des Glasübergangbereiches berechnet. Der Beginn und das Ende des Glasübergangbereiches sind an einer signifikanten Änderung der Steigung der DSC-Kurve erkennbar. Nach ISO 11357-2 gibt es als dritte Möglichkeit die Auswertung nach dem Gleichflächenverfahren nach RICHARDSON[14], das lt. Norm vorzugsweise bei thermoplastischen Werkstoffen verwendet werden soll. In der Elastomeranalytik spielt es aber keine Rolle, weil bei ihnen keine ausgeprägte Enthalpierelaxation[15] auftritt, welche einen „zu guten", aber verfälschten T_g-Wert ergeben würde.

Bei der DSC-Analyse gibt es zwei Messarten, die Wärmestrom-DSC (engl.: heat flux) und die leistungskompensierte DSC (engl.: power generated / power compensated). Bei Wärmestromgeräten befinden sich zwei Aluminiumtiegel in einer Messzelle, die auch mitunter als Ofen bezeichnet wird. Ein Tiegel enthält die Probe, während der andere Referenztiegel leer ist. (**Abb. 2**) Die unterschiedlichen Wärmeströme während des Kühlens und Heizens werden an den Tiegelhaltern direkt gemessen. Bei leistungskompensierten DSC-Geräten gibt es zwei unabhängige Messzellen, jeweils eine für den Probe- und Referenztiegel. Jede Messzelle wird unabhängig so gesteuert, dass in jeder die gleiche Temperatur vorherrscht. Durch die unterschiedlich benötigten Energiemengen können so die Wärmeströme im Referenztiegel und im Probetiegel bestimmt werden. In der Praxis werden meistens Heatflux (Wärmestrom)-DSC Prüfgeräte eingesetzt, da sie einfacher aufgebaut sind als power generated (leistungskompensierte)-DSC-Geräte. Außerdem weisen Heatflux-Geräte eine stabile Basislinie auf, ermöglichen ein relativ leichtes Umschalten auf andere Atmosphären (z.B. Stickstoff statt Umgebungsluft) und zeigen eine geringere Störempfindlichkeit gegenüber äußeren Einflüssen, da beide Tiegel in einer Messzelle sind.[16]

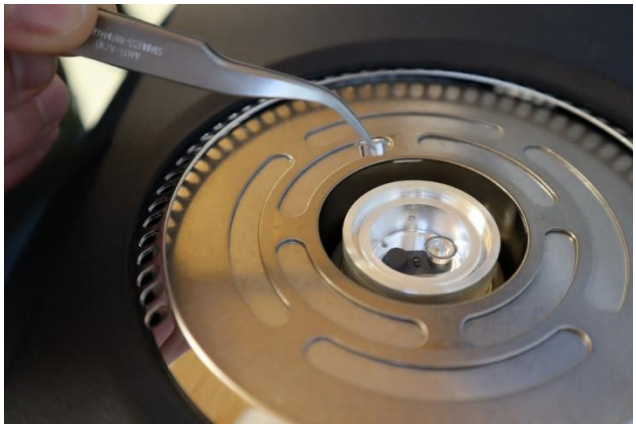

Abb. 2: Einführen eines Tiegels, welcher die Elastomerprobe enthält, im Ofen befindet sich bereits ein leerer Referenztiegel: Durch den Vergleich von Wärmeströmen zwischen Referenz- und Probetiegel erkennt eine Heatflux-DSC endo- oder exotherme Prozesse (Bild: OPR Elastolabs)

Das Kalorimetrische Messprinzip ist bei Elastomeren das bestgeeignete Verfahren, um optimistische Tieftemperaturgrenzen eines Elastomers zu ermitteln. Ein anderes Verfahren zur Bestimmung der Glasübergangstemperatur ist die dynamisch mechanische Analyse, DMA, welche allerdings apparativ aufwändiger und sehr viel schwieriger bezüglich der anwendungstechnischen Bedeutung zu interpretieren ist. Außerdem kann die Glasübergangstemperatur mit einer TMA (Thermomechan. Analyse), einer Torsionsschwingungsprüfung und einer DEA (Dielektr. Analyse) ermittelt werden. Diese

[14] RICHARDSON, M.J. und SAVILL, N.G. Derivation of accurate glass transition temperatures by differential scanning calorimetry. Polymer 1975, 16, S. 753–757, Abstract online verfügbar (zuletzt aufgerufen am: 26.06.2025): https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/0032386175901949

[15] Vgl. SCHINDLER, Alexander: Glasübergangstemperatur und -stufenhöhe aus DSC-Kurven: Alle Auswertungen nach der internationalen Norm DIN EN ISO 11357-2, Internetinformation der Fa. NETZSCH, Selb, aus der Serie Software Innovation 024, 11/2023, S.1, Abb.1 online verfügbar (zuletzt aufgerufen am: 26.06.2025): https://analyzing-testing.netzsch.com/_Resources/Persistent/a/b/a/2/aba2bcb19d70b6c7415de3ab5bf5509ef7499ba5/SW%20Innovation%20024_German.pdf

[16] NETZSCH-Gerätebau: Dynamische Differenzkalorimetrie: Über die Methode DSC – Verschiedene Messarten von DSC-Analysegeräten Internetinformation der-Gerätebau GmbH, Selb: https://analyzing-testing.netzsch.com/de/produkte/dynamische-differenzkalorimetrie-dsc-differenz-thermoanalyse-dta (Webseite zuletzt aufgerufen am 22.05.2025)

© by OPR Group GmbH www.oprgroup.de :
OPR Elastolabs www.o-ring-prueflabor.de /OPR Technical Services ww

Methoden spielen aber in Praxis von Dichtungsanwendern keine Rolle.

Einsatzbereich		Kosten des Prüfverfahrens	
Werkstoffprüfung	☒	Bis 100€	☐
Fertigteilprüfung	☒	100 bis 200 €	☐
Fertigungsqualität	☐	200 bis 500 €	☒
Wareneingangs-kontrolle	☒ (selten)	500 bis 2.000 €	☐
Schadensanalyse	☒ (selten)	>2.000 €	☐

„Die Bestimmung der Glasübergangstemperatur mit DSC ist eine weltweit anerkannte Prüfmethode, die eine erste Eingruppierung und gute Vergleichbarkeit von Elastomercompounds bezüglich Kälteverhalten erlaubt."

Bernhard Richter, Geschäftsführer

3. Wichtigste Prüfnormen

Die ISO 11357-2[17] befasst sich eigentlich mit der Bestimmung von T_g bei Kunststoffen, wird aber sehr häufig bei Elastomeren angewandt. Diese Norm bietet drei Methoden zur Ermittlung der Glasübergangstemperatur: Mittels erster Ableitung ($T_{i,g}$), halber Höhe der Tangenten ($T_{1/2,g}$) und mittels des oben erwähnten Gleichflächenverfahrens.

Eine relativ neue Norm für die Bestimmung von T_g bei Elastomeren ist die ISO 24087[18], welche im Juni 2023 erstmalig erschien. Da sie sich nur mit der Prüfung von Elastomeren befasst, empfiehlt sie im Kap. 10.2.2 nur zwei Auswertemethoden, erstens diejenige mittels Peak in der 1. Ableitung der DSC-Kurve und zweitens das Tangentenverfahren ($T_{1/2,g'}$). Der ersten Auswertemethode soll laut dieser Norm der Vorzug gegeben werden.

Außerdem gibt es noch die ISO 4664-3[19] für vulkanisierte oder thermoplastische Elastomere.

Die Glasübergangstemperatur ist nicht nur für fertige Gummimischungen von Bedeutung, sondern auch Mischungsentwickler verwenden diese Prüfmethode für unvernetzten Rohkautschuk. Das Vorgehen ist in der ISO 22768[20] geregelt.

In Deutschland kommt auch immer wieder eine Prüfvorschrift zum Einsatz, welche nur auf einer Verbandsebene (VDA) erstellt wurde. Es handelt sich dabei um die VDA 675-116[21].

In der US-amerikanischen Normung gibt es mehrere Normen für die Bestimmung der Glasübergangstemperatur: ASTM D 3418[22], ASTM D 7426[23] und ASTM E 1356[24]. Im deutschen Prüfalltag wird manchmal nach der ASTM D 3418 geprüft.

4. Interpretation der Messergebnisse bzw. Bewertung der Verfahren

Ein niedriger DSC-Wert bedeutet nicht immer zwingend ein gutes Kälteverhalten. Die Flexibilität von Elastomeren wird reduziert je mehr sie sich der Glasübergangstemperatur nähern. Bei manchen Typen kommt es aber bereits bei höheren Temperaturen schon zu einer Versteifung, wenn die Polymere bei tiefen Temperaturen zur Bildung von kristallinen Sequenzen neigen. Diese kristallinen Bereiche behindern im Polymer die Rückstellung der Molekülketten. Dies kann bei EPDM und HNBR bereits im Bereich der Raumtemperatur (23°C) auftreten. Gerade bei solchen Polymeren sind zwingend zusätzliche Kälteprüfungen, wie z.B. TR10 nach ISO 2921[25] oder der Druckverformungsrest in der Kälte (ISO 815-2[26]) notwendig, um eine Aussage über die Anwendungseignung eines Materials zu bekommen.

Die Glasübergangstemperatur T_g kann durch die Molekularchitektur, das Molekulargewicht, die Morphologie und den Vernetzungsgrad beeinflusst werden.[27]

[17] ISO 11357-2: 2020-03 Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 2: Determination of glass transition temperature and step height

[18] ISO 24087: 2023-06 Rubber, vulcanized – Determination of the glass transition temperature and enthalpy by differential scanning calorimetry

[19] ISO 4664-3:2021-03 Rubber, vulcanized or thermoplastic - Determination of dynamic properties – Part 3: Glass transition temperature (Tg)

[20] ISO 22768: 2020-07 Raw rubber and rubber latex – Determination oft he glass transition temperature by differential scanning calorimetry (DSC)

[21] VDA 675-116: Elastomere Identifikation – Bestimmung des Kälterichtwertes mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DDK, DSC), Version 05/2016, inzwischen zurückgezogen

[22] ASTM D 3418:2021 Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry

[23] ASTM D 7426:2024 Standard Test Method for Assignment of the DSC Procedure for Determining T_g of a Polymer or an Elastomeric Compound

[24] ASTM E 1356:2025 Standard Test Method for Assignment of the Glass Transition Temperatures by Differential Scanning Calorimetry

[25] ISO 2921: 2019-10 Rubber, vulcanized - Determination of low-temperature characteristics - Temperature-retraction procedure (TR test)

[26] ISO 815-2: 2019-11 Rubber, vulcanized or thermoplastic - Determination of compression set – Part 2: At low temperatures

[27] Für weiterführende detaillierte Informationen siehe: DE, P.P. und ROY CHOUDHURY, N. und DUTTA, N.K.: Thermal Analysis of Rubbers and Rubbery Materials, iSmithers, Shawbury, Shrewsbury, Shropshire,

Im Bereich der Molekülarchitektur beeinflusst das Vorhandensein von polaren Gruppen, die cis-trans Isomerie und die Taktizität den T_g-Wert. Beim Molekulargewicht haben auch die effektiven Kettenlängen, die Endgruppen, das Vorhandensein zyklischer Bereiche und Blockcopolymere einen Einfluss auf das Kälteverhalten eines Polymers. Mit der Morphologie sind Blockcopolymere (z.B. bei TPEs) und Elastomerblends (mischbare und nicht mischbare Verschnitte) gemeint. Seit den 1950er Jahren ist bekannt, dass unterschiedliche Vernetzungsgrade eines Polymers die Glasübergangstemperatur verändern können. Allerdings ist dies in einem so geringen Ausmaß, dass es für die Praxis nicht relevant ist. Jedoch kann eine erkennbare Verschlechterung des T_g-Wertes zwischen der ersten und der zweiten Aufheizung ein Hinweis auf eine signifikante Nachvernetzung bei der ersten Aufheizung sein und somit auf einen schlechten Vernetzungsgrad hinweisen.

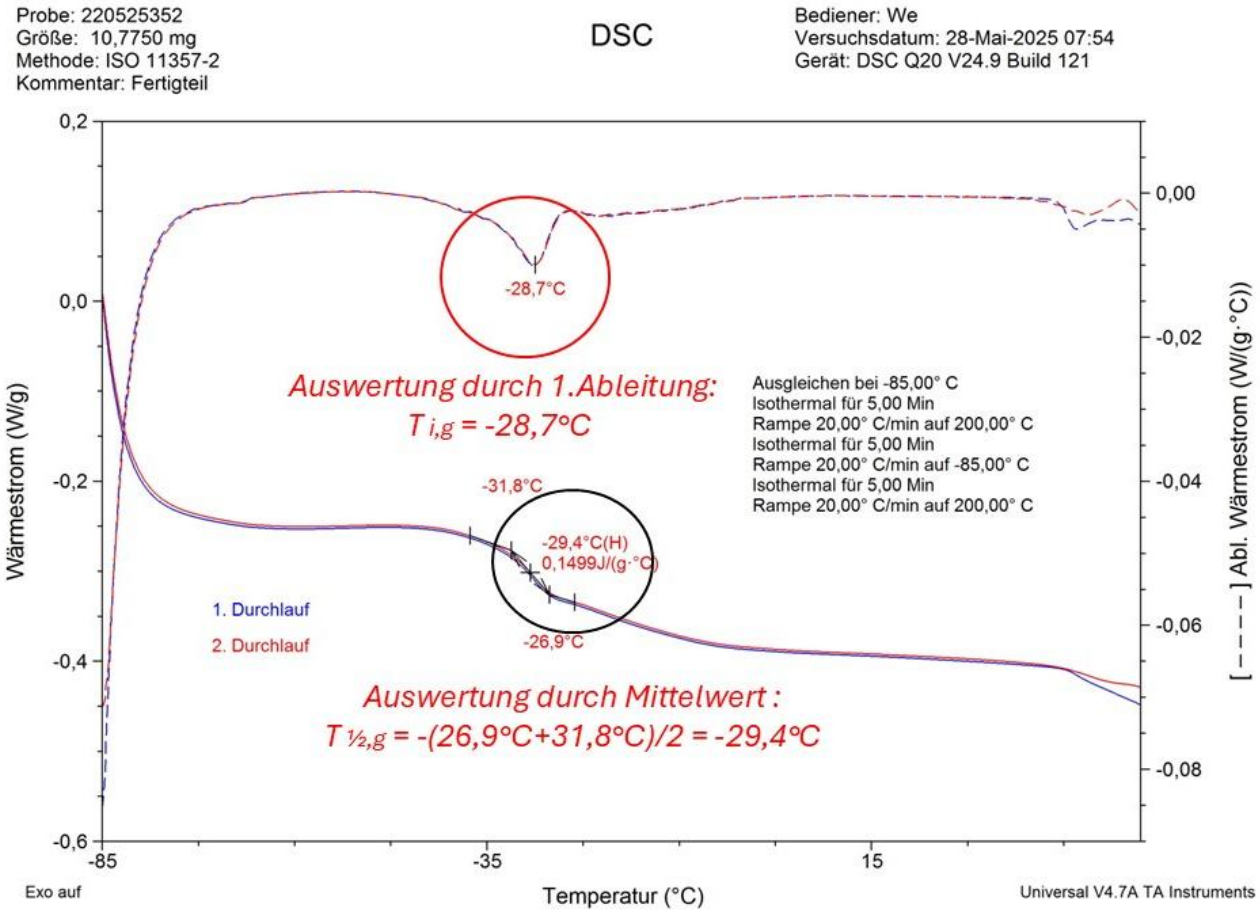

Abb. 3: Ergebniskurven einer DSC-Prüfung zur Bestimmung des Glasübergangs nach den beiden gängigsten Methoden: Oben Ermittlung mit Hilfe des Minimums der 1. Ableitung ($T_{i,g}$ nach inflection-point method / Wendepunktverfahren nach ISO 11357-2) und unten durch Mittelwertbildung aus den Grenztemperaturen des Glasübergangsbereiches ($T_{½,g}$ half-step-height method / Halbstufenhöhenverfahren nach ISO 11357-2) (Bild: OPR Elastolabs)

5. Zukunft des Verfahrens

Die Bestimmung der Glasübergangstemperatur T_g mittels DSC ist inzwischen weltweit etabliert und anerkannt. Da dieses Prüfgerät auch zur Beantwortung zahlreicher anderer Fragestellungen eingesetzt werden kann, wird es weiterhin einen wichtigen Platz nicht nur in Instituten und Prüflaboren, sondern auch bei Dichtungsanwendern einnehmen. Weitere Argumente für den Fortbestand dieser Prüfmethode sind ihre leichte Durchführbarkeit ohne tiefergehendes elastomerspezifisches Fachwissen, ihre Vergleichbarkeit und ein Messergebnis, das zwar nicht immer eine Dichtungsanwendung in der Kälte ausreichend

2010, S.69-85 (Kap. 3.2.3 bis 3.2.7)

absichert, dafür aber noch weitere Prüfoptionen zur Beschreibung von polymeren Werkstoffen besitzt.
Bei DSC-Geräten im Allgemeinen ist in den nächsten Jahren mit einer sich ständig verbessernden Software zu rechnen, welche immer umfangreichere Datenanalysen ermöglicht.
Sehr wahrscheinlich werden sich auch immer mehr automatisierte DSC-Geräte (Autosampler) verbreiten, da dies die Untersuchung vieler Proben bei geringem Personalaufwand ermöglicht.

6. Praktische Hinweise für eine Auftragsvergabe

Für die Bestimmung der Glasübergangstemperatur T_g mit Hilfe einer DSC genügen bereits sehr geringe Mengen an Elastomermaterial (<1 Gramm). Das Probenmaterial kann sowohl von Prüfplatten, Fertigteilen als auch von Schadensteilen entnommen werden. Es empfiehlt sich – wenn möglich – ganze Dichtungen/Prüfplatten bzw. größere Dichtungs-/Prüfplattenabschnitte ins Labor senden, damit dort normgerecht die Probekörper präpariert werden können. Bei dickwandigen Formteilen sollte zwischen Kunde und Labor festgelegt werden, aus welchem Bereich die Probe entnommen werden soll, da solche Bauteile ungleich vulkanisiert sein können.
Die Prüfung dauert ca. 30-60 Minuten, wenn das Gerät bereits vorgekühlt ist. Die Standarddurchlaufzeit im Labor (Ankunft der Prüfplatten bzw. Fertigteile bis Versand des Ergebnisberichts an den Kunden) beträgt ca. drei bis fünf Arbeitstage.

7. Weiterführende Links

Kurzvideo der OPR Elastolabs zur Thematik:
https://www.youtube.com/watch?v=i-mwJfUVh8g&ab_channel=OPRElastolabs