

APPLICATION NOTE

Einsatzbeispiele der Hochkraft-DMA an Polymeren

Materialprüfung jenseits des linear viskoelastischen Bereichs: Zugprüfung im DMA GABO EPLEXOR®

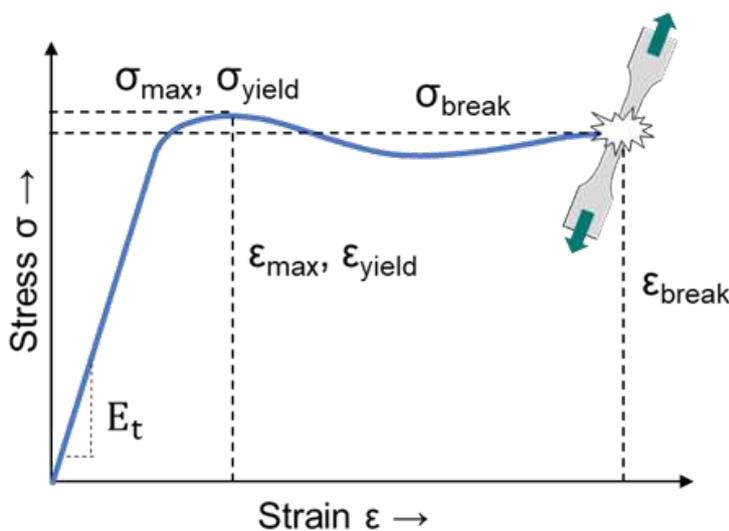
Martin Rosenschon, Kundens Schulung

Einleitung

Der quasistatische uniaxiale Zugversuch ist ein Verfahren der zerstörenden Materialprüfung und eine der am häufigsten verwendeten Methoden zur Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften von Werkstoffen [1]. Hierbei wird im einfachsten Fall eine Probe unter einer definierten Geschwindigkeit bis zum Bruch belastet und die entstehende Kraft F in Abhängigkeit der Längenänderung Δl erfasst. Auf Basis des Probenquerschnitts A_0 und der Anfangsmesslänge l_0 werden die an der Probe angreifende Spannung σ sowie die resultierende Dehnung ε berechnet (Abbildung 1 rechts).

Das Ergebnis eines Zugversuchs ist ein sogenanntes technisches Spannungs-Dehnungsdiagramm (Abbildung 1 links). Typische, daraus abgeleitete Werte sind der Zugmodul beziehungsweise Elastizitätsmodul E_t , welcher das Verhältnis aus Spannung und Dehnung im

elastischen Bereich beschreibt, die vom Werkstoff maximale erreichbare Spannung (σ_{max} , ε_{max}), die Spannung- und Dehnungswerte bei Bruch (σ_{break} , ε_{break}) sowie beim Übergang von elastisch reversiblen zu plastischem Fließen (σ_{yield} , ε_{yield}). Der Zugversuch liefert im Weiteren Informationen zur Querkontraktion, dem Verfestigungs-, Einschnürungs- sowie fortschreitenden Versagensverhalten. Unter der Berücksichtigung von Messungen in unterschiedlichen Orientierungen kann ferner die Anisotropie, das heißt die Richtungsabhängigkeit der Eigenschaften, charakterisiert werden. Die Prüfung erfolgt üblicherweise in elektromechanischen Zugprüfmaschinen und ist nach Werkstoff, Halbzeug und Anwendung genormt. Angefangen bei der Materialentwicklung über Qualitätskontrollen in der Produktion bis hin zu Festigkeitsanalysen am finalen Bauteil findet der Zugversuch nahezu in allen Abschnitten einer Produktionskette Anwendung.



$$\sigma = \frac{F}{A_0}$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$$

$$E_t = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

1 Schematisches technisches Spannungs-Dehnungsdiagramm Typ b nach DIN EN ISO 527-1 [3] mit Kennwerten

Die DMA GABO EPLEXOR®-Reihe

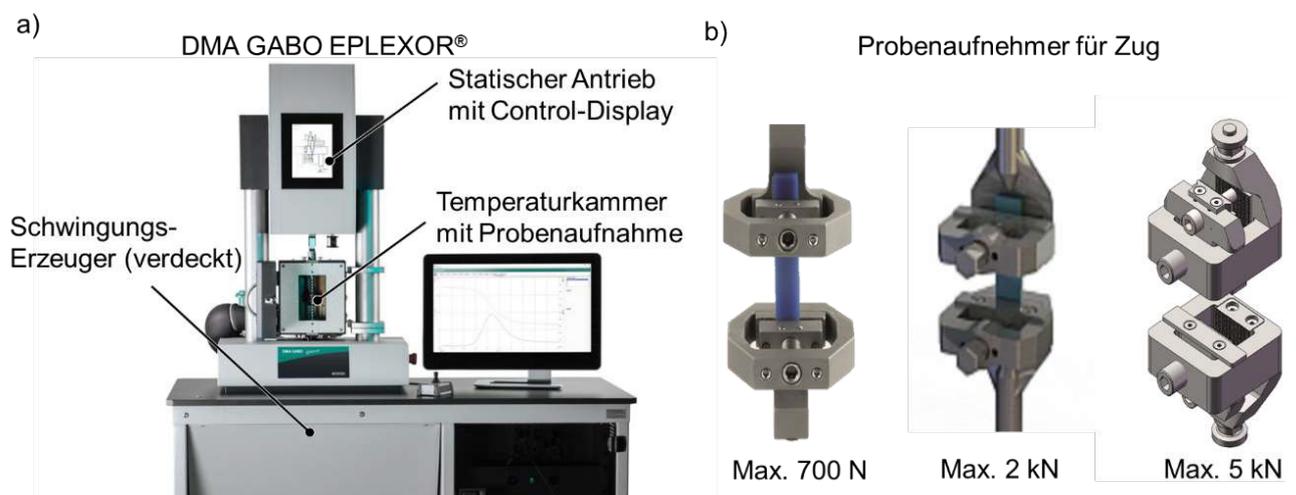
Anlagen der DMA GABO EPLEXOR®-Reihe sind Prüfgeräte, welche speziell für dynamisch-mechanische Messungen (kurz: DMA) im Hochlastbereich ausgelegt sind. Während eines dynamisch-mechanischen Tests wird unter einem definierten Temperaturprogramm eine sinusförmige Kraft auf die Probe aufgebracht. Dies hat eine sinusförmige Deformation zur Folge. Durch die Analyse der Spannungs- und Dehnungswerte sowie der zeitlichen Phasenverschiebung beider erfolgt eine frequenz- und temperaturabhängige Charakterisierung viskoelastischer Kennwerte, wie dem Speicher- und Verlustmodul (E' und E''). Hierauf basierend kann beispielsweise der Glasübergang eines Polymers ermittelt werden.

Wie in Abbildung 2 a) dargestellt, kann im DMA GABO EPLEXOR® durch einen oberen Antrieb eine statische Kraft auf eine Probe aufgebracht werden. Im unteren Teil des Geräts erzeugt ein Schwingungserreger eine dynamische Belastung mit Frequenzen von 0,01 Hz bis 100 Hz (optional: 0,0001 Hz und 200 Hz) sowie Kräften bis 500 N bzw. Amplituden von bis zu 6 mm. Die Temperatorkammer erlaubt – je nach Kühlsystem – Messungen von -160 °C bis 500 °C . Die Messungen können mithilfe zugehöriger Probenhalter im Scherungs-, Biegungs-, Zug- oder Druckmodus durchgeführt werden.

Durch die separat aufbringbaren, statischen Kräfte von bis zu 1,5 kN im Tischgerät (Abbildung 2 a) und bis zu 4,0 kN

im Standgerät sowie konfigurierbare Messabläufe eignen sich die DMA GABO EPLEXOR®-Anlagen jedoch auch für quasi-statische Prüfungen, wie dem uniaxialen Zugversuch. Die dynamische Einheit bleibt hierbei deaktiviert. Auf diese Weise können Materialien jenseits ihres (visko) elastischen Verhaltens bis hin zum Bruch charakterisiert werden. Je nach zu prüfendem Material und respektiver Kraftanforderung stehen mechanische Zugprobenhalter von max. 700 N bis zu max. 5 kN zur Verfügung (Abbildung 2 b).

Das für die quasi-statische Charakterisierung vordefinierte Prüfprogramm „Universal Testing“ ermöglicht es, Zugversuche mit definierter Spannungs- oder Dehnungszunahmeregulation in Anlehnung an Prüfnormen, wie DIN EN ISO 6892-1 [2] oder DIN EN ISO 527-1 [3], zu realisieren. Es handelt sich in diesem Fall um einen isothermen Prüfmodus, bei dem eine Kraft- oder Dehnungsgrenze als Abbruchkriterium angesetzt werden kann. Der maximale Hub von 60 mm wird mit frei wählbaren Geschwindigkeiten von bis zu 150 mm/min abgefahren, wobei die Aufzeichnung der Dehnung der Probe auf Basis der Traversenbewegung erfolgt. In diesem Kontext ist anzumerken, dass durch die Ableitung der Probendehnung auf Basis der Traversenbewegung der Versuch nur in Anlehnung an etwaige Prüfnormen erfolgen kann, welche diesbezüglich ein taktiler oder optischer Messsystem vorschreiben.



2 a) Tischversion des DMA GABO EPLEXOR®; b) Verfügbare Probenhalter für Messungen im Zugmodus

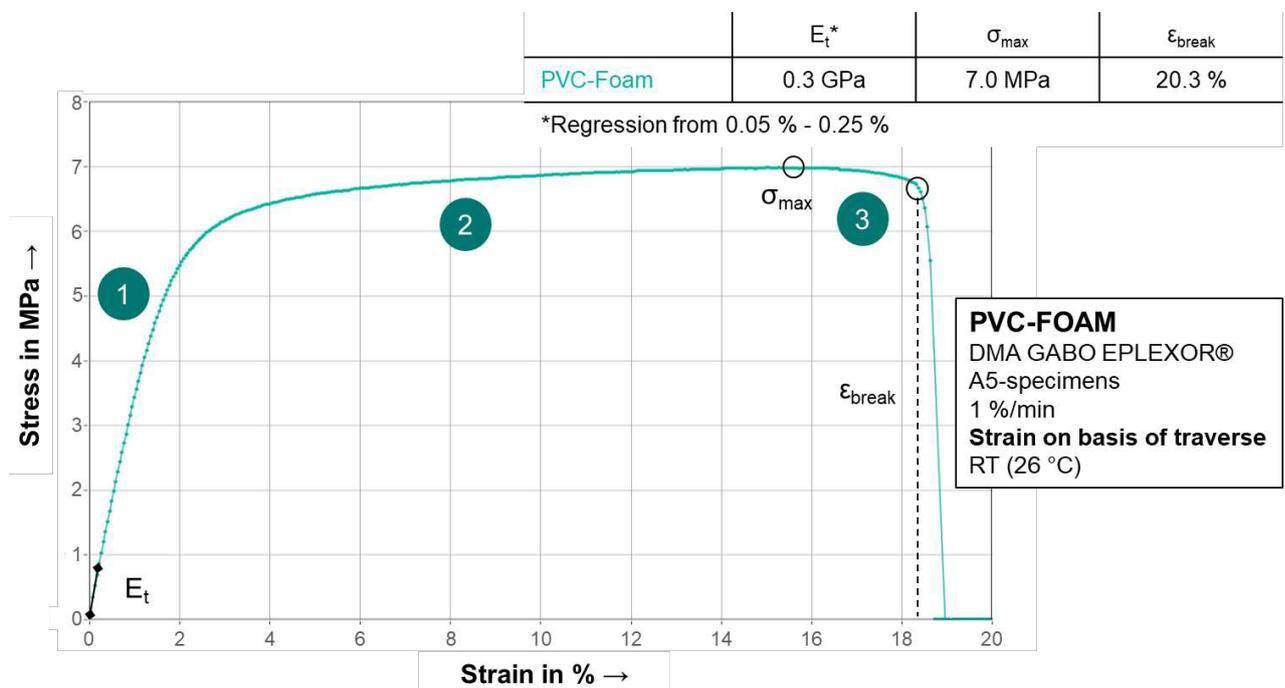
Der uniaxiale Zugversuch im DMA GABO EPLEXOR®

Abbildung 3 zeigt das technische Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines Plattenmaterials aus einem PVC-Schaum sowie abgeleitete Kenngrößen. Die Messung erfolgte bei Raumtemperatur mit einer Dehnungsgeschwindigkeit von 1 %/min. Die Probe entspricht der 5A-Geometrie nach DIN EN ISO 527-2 [4] mit einer Breite von 4,0 mm, einer Dicke von 2,8 mm und einer parallelen Messlänge von 20,0 mm, welche zunächst gefräst und anschließend geschliffen wurde.

Je nach zu prüfendem Werkstoff, Umformgeschwindigkeit und Temperatur ist die Form der technischen Spannungs-Dehnungs-Kurve unterschiedlich. So wird beispielsweise nach DIN EN ISO 527-1 [3] zwischen vier Varianten differenziert. Der Verlauf des PVC-Schaummaterials kann grob in drei Bereiche eingeteilt werden. Angefangen beim annähernd linearen Bereich 1, welcher sich bis circa 1,5 % Dehnung erstreckt. Im Gegensatz zu nahezu linear elastischen metallischen Werkstoffen zeigen Kunststoffe lediglich einen sehr eingeschränkten linearen Bereich, welcher bereits bei geringer Dehnung in ein nichtlineares Verhalten übergeht. Nach DIN EN ISO

527-1 [3] wird deshalb die Auswertung des quasi statisch gemessenen Zugmoduls im Dehnungsbereich von 0,05 % bis 0,25 % über eine Bestimmung der diesbezüglichen Sekante oder mithilfe einer Regression vorgebeschrieben. Im Fall des untersuchten PVC-Schaums ergibt sich ein durch eine Regression berechneter Zugmodul E_t^* von 0,3 GPa. Etwaige Abweichungen zum Speichermodul E' einer dynamisch-mechanischen Messung sind darauf zurückzuführen, dass dynamisch-mechanische Messungen punktuell bei einer definierten statischen Last bzw. resultierenden Dehnung erfolgen und hierbei zwischen rein elastischem (E') und viskosem (E'') Anteil differenziert wird.

Im darauffolgendem Abschnitt 2 kommt es zur Verstreckung des porigen Schaummaterials, ersten Mikroschädigungen und einer irreversiblen plastischen Deformation. Die Spannung nimmt nichtlinear mit steigender Dehnung zu. Der maximal vom Material erreichte Wert σ_{max} liegt bei 7,0 MPa. In Bereich 3 schnürt die Probe weiter ein und es tritt ein lokales Materialversagen bis hin zum Bruch auf. Gekennzeichnet wird dies durch eine Bruchdehnung ϵ_b von 20,3 %.



3 Spannungs-Dehnungsdiagramm mit abgeleiteten Kenngrößen eines PVC-Schaummaterials bei Raumtemperatur

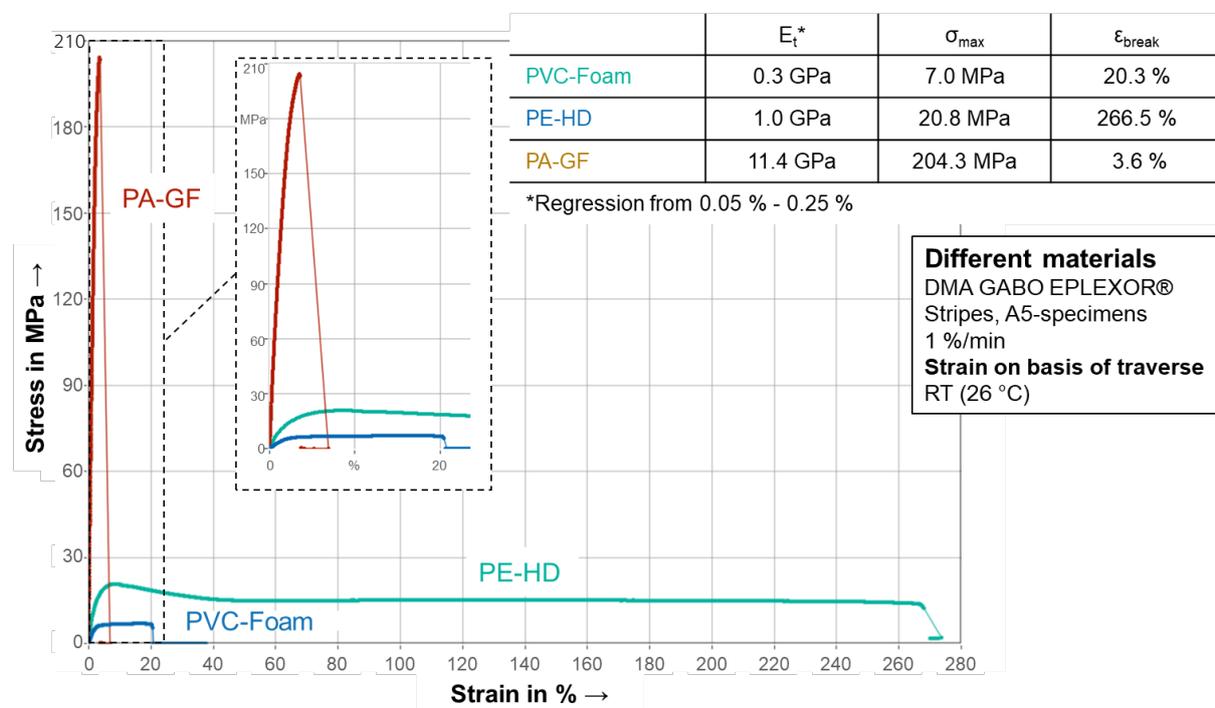
Messung von Materialien unterschiedlicher Festigkeitsklassen

Durch die Möglichkeit des Austauschs der Kraftmessdosen der EPLEXOR®-Geräte oder auch über eine Skalierung der Probenabmessungen können Materialien unterschiedlichster Festigkeitsklassen charakterisiert werden, wie in Abbildung 4 illustriert. Neben dem bereits gezeigten PVC-Schaum sind die Ergebnisse eines glasfaserverstärkten Polyamids (PA-GF) mit 30 % Faseranteil und eines Polyethylens hoher Dichte (PE-HD) dargestellt.

Das Füllen von Kunststoffen ist ein typisches Verfahren zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften, wird jedoch auch zur Anpassung der elektrischen und thermischen Leitfähigkeit oder der Modifikation sonstiger Eigenschaften genutzt. So ist das glasfaserverstärkte Polyamid mit einer Zugfestigkeit σ_{max} von 204,3 MPa und einem gemittelten Zugmodul E_t von 11,4 GPa um ein vielfaches fester beziehungsweise steifer als der PVC-Schaum ($\sigma_{max} = 7$ MPa und $E_t = 0,3$ GPa) und das Polyethylen ($\sigma_{max} = 20,8$ MPa und $E_t = 1,0$ GPa). Der Verlauf der Spannungs-Dehnungskurve ist durch einen quasi linearen Anstieg der Spannung mit nahezu unmittelbar auftretenden Bruch bei $\epsilon_b = 3,6$ % gekennzeichnet, was als

eher sprödes Verhalten bezeichnet werden kann. Durch die Glasfasern, welche für sich eine hohe Zugfestigkeit ($\sigma_{max} > 2000$ GPa) und Steifigkeit ($E_t > 70$ GPa) besitzen [5], vermag das Material hohe Belastungen auszuhalten. Reißen die spröden Fasern, tritt ein direktes Versagen der weniger festen Polyamidmatrix auf.

Neben der Messung vergleichsweise fester Materialien können durch eine Anpassung der parallelen Messlänge – gegebenenfalls nicht normkonform – auch Werkstoffe mit einer hohen Bruchdehnung gemessen werden. Hochdichtes Polyethylen (PE-HD) ist ein thermoplastisches Polymer, das aus dem Monomer Ethylen hergestellt wird. Eine geringe Verzweigung der Polymerketten führt hierbei zu einer höheren Dichte des Materials im Vergleich zu konventionellen PE-Sorten [6]. Unter Berücksichtigung des maximalen Hubs von 60 mm wurde zur Messung des Materials dabei die Messlänge auf 10 mm verkürzt. Mit $\epsilon_b = 266,5$ % besitzt das Material eine in Bezug den PVC-Schaum sowie das PA-GF hohe Bruchdehnung. Auch der Verlauf der Kurve unterscheidet sich deutlich von denen der anderen Polymerwerkstoffe. So tritt nach dem Erreichen der Maximalspannung $\sigma_{max} = 20,8$ MPa – bei ca. 8 % Dehnung – eine vergleichsweise lange Entfestigungszone bis hin zum Bruch auf.



4 Spannungs-Dehnungs-Diagramm verschiedener Polymere mit unterschiedlichen Festigkeiten bei Raumtemperatur

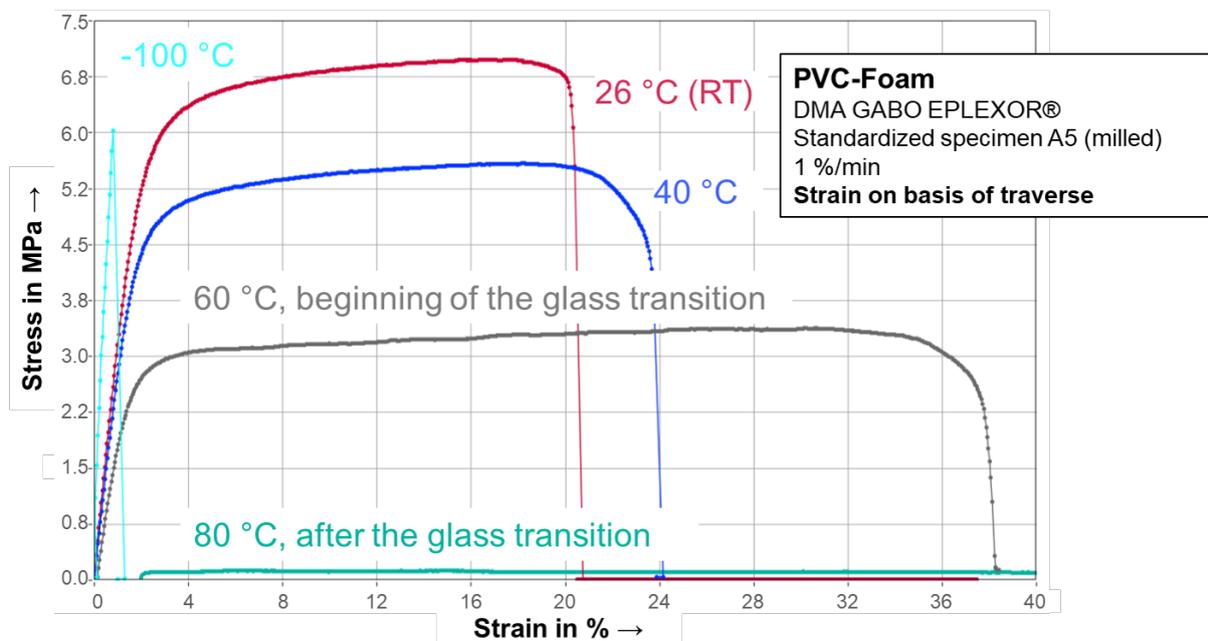
Zugversuche bei niedrigen und erhöhten Temperaturen

Bei einer Bauteilauslegung ist die Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von der Temperatur von essentieller Bedeutung für die Wahl eines geeigneten Werkstoffs. Temperierte Zugversuche geben dabei Aufschluss, wie sich das Material bei unterschiedlichen Einsatztemperaturen verhält. So muss beispielsweise sichergestellt sein, dass ein Strukturbauteil in einem Automobil sowohl bei tiefen Temperaturen im Winter als auch bei hohen Temperaturen im Sommer den Belastungen seiner Anwendung standhält und nicht versagt. Neben der Erstellung eines diesbezüglichen Einsatzfensters liefert der temperierte Zugversuch auch wichtige Informationen für die Verarbeitung. Beispielsweise, in welchem Temperaturbereich ein Blechwerkstoff weich wird und am besten warmumgeformt werden kann. In diesem Fall dienen die Daten der Anfertigung eines Prozessfensters.

Alle Geräte der DMA GABO EPLEXOR®-Reihe können mit einer Temperatorkammer ausgestattet werden und ermöglichen – je nach Kühlsystem – Messungen von -160 °C bis 500 °C. Kunden die mit einem DMA GABO EPLEXOR® typischerweise dynamisch-mechanische Charakterisierungen durchführen, besitzen damit auch die Möglichkeit ihre Materialien mithilfe temperierter Zugversuche zu charakterisieren und weitaus mehr als in

klassischen DMA-Messungen über ihre Werkstoffe in Erfahrung zu bringen.

In Abbildung 5 ist das temperaturabhängige Materialverhalten des PVC-Schaummaterials im Zugversuch dargestellt. Wie zu erkennen, hat die Temperatur sowohl einen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Kennwerte als auch die Charakteristik der Spannungs-Dehnungs-Kurve. Bei niedrigen Temperaturen von -100 °C zeigt der Werkstoff ein Spröbruchverhalten. Die Probe verhält sich nahezu linear elastisch und bricht direkt bei Dehnungen von unter 1% nach dem Erreichen von Spannungen von etwa 6 MPa. Mit Erhöhung der Temperatur auf circa 26 °C, was der Raumtemperatur entspricht, sinkt die Steigung im linear elastischen Bereich und damit auch das Zugmodul. Ferner zeigt sich ein ausgeprägter nichtlinearer, plastischer Bereich mit anschließendem Bruch. Eine weitere Erhöhung der Temperatur auf 40 °C hat eine Abnahme des Zugmoduls (hier nicht explizit sichtbar) und Reduktion der maximal erreichbaren Spannung als Folge. Die Bruchdehnung nimmt dabei leicht zu. Im Anfangsbereich des Glasübergangs bei 60 °C (Onset-Temperatur von E' aus DMA Messung: 61,3 °C) tritt nahezu eine Verdopplung der Bruchdehnung ($\epsilon_b = 37\%$) sowie Halbierung der Festigkeit ($\sigma_{max} = 3,5\text{ MPa}$) im Vergleich zur Raumtemperatur ($\epsilon_b = 20,3\%$; $\sigma_{max} = 7,0\text{ MPa}$) auf.



5 Temperierte Zugversuche eines PVC-Schaummaterials

Bei 80 ° – nach dem Glasübergang – befindet sich das Material im sogenannten entropieelastischen Zustand. Die Polymerketten können sich nun frei gegeneinander bewegen und das Material wird weich. Im Zugversuch reduzieren sich die Spannungen auf ein Niveau von unter 0,3 MPa und das Material lässt sich – im Rahmen der Messbedingungen – ohne das Erreichen eines durchgängigen Bruches dehnen.

Zusammenfassung

DMA GABO EPLEXOR®-Geräte sind speziell für die Messung der dynamisch-mechanischen Eigenschaften konzipierte Anlagen. Durch die Möglichkeit, statische Kräfte von bis zu 4 kN aufzubringen sowie die hohe Flexibilität in der Programmerstellung eignen sie sich jedoch auch als Maschinen zur quasi-statischen Zugprüfung. Der Benutzer erhält hiermit die Möglichkeit, seine Werkstoffe weit über den linear viskoelastischen Bereich hinaus zu charakterisieren. Angefangen bei Analysen der Ver- und Entfestigungscharakteristik können Informationen bis hin zum Einschnür- und Bruchverhalten gewonnen werden. Eine diesbezügliche wichtige Funktionalität des DMA GABO EPLEXORS® ist die hochgenaue Temperaturführung mittels der Temperatorkammer. Der Anwender kann bestimmen, wie sich sein Material unter hohen Belastungen sowohl im Tieftemperaturbereich ab -160°C als auch bei Temperaturen bis zu 500 °C verhält und damit wichtige Information für Materialvergleiche, Verarbeitungsprozesse und den späteren Bauteileinsatz erhalten.

Quellen

- [1] E. Roos, K. Maile: Werkstoffkunde für Ingenieure: Grundlagen, Anwendung, Prüfung. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag 2017, 6. Auflage
- [2] DIN EN ISO 6892-1:2020-06: Metallische Werkstoffe – Zugversuch – Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur. Berlin: Beuth-Verlag 2020
- [3] DIN EN ISO 527-1:2019-12: Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigenschaften – Teil 1: Allgemeine Grundsätze. Berlin: Beuth-Verlag 2019
- [4] DIN EN ISO 527-2:2012-06: Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigenschaften – Teil 2: Prüfbedingungen für Form- und Extrusionsmassen. Berlin: Beuth-Verlag 2012
- [5] F. Henning, E. Moeller: Handbuch Leichtbau – Methoden, Werkstoffe, Fertigung. München: Hanser-Verlag 2020, 2. Auflage
- [6] G. Kaiser, S. Schmölder, C. Strasser, S. Pohland, S. Turan: Handbuch DSC. Selb: NETZSCH-Gerätebau GmbH 2015, 2. Auflage