



Bild: AdobeStock / 3dsculptor

Genauere Kenntnisse über die Eigenschaften von Kunststoffen unter verschiedenen thermischen Bedingungen sind essenziell.

Der kritische Punkt

Bestimmung des Wärmeeinflusses auf Kunststoffe und Lacke mithilfe des dynamischen Messmodus

Eigenschaften von Kunststoffen und Lacken variieren stark unter verschiedenen Temperaturbedingungen: In kalter Umgebung sind sie spröde, beim Erwärmen werden sie flexibler. Eine der wichtigsten Kenngrößen zur Bestimmung der Formbeständigkeit von polymeren Werkstoffen bei Wärmeeinwirkung ist die Glasübergangstemperatur.

Allgemein ist die Glasübergangstemperatur T_g definiert als die Temperatur, bei der amorphe oder teilkristalline Kunststoffe von dem hochviskosen, zähflüssigen oder gummielastischen Zustand in den hartelastischen oder glasigen Zustand übergehen. In Bezugnahme auf das geforderte Materialverhalten werden Werkstoffe entweder oberhalb oder unterhalb ihrer Glasübergangstemperatur eingesetzt. Genaue Kenntnisse über T_g bei der Charakterisierung von Kunststoffen sind essenziell – geradezu überlebenswichtig. So wurde als Ursache für das Unglück des Space Shuttles Challenger im Jahr 1986 eine fehlerhafte O-Ring-Dichtung ermittelt.

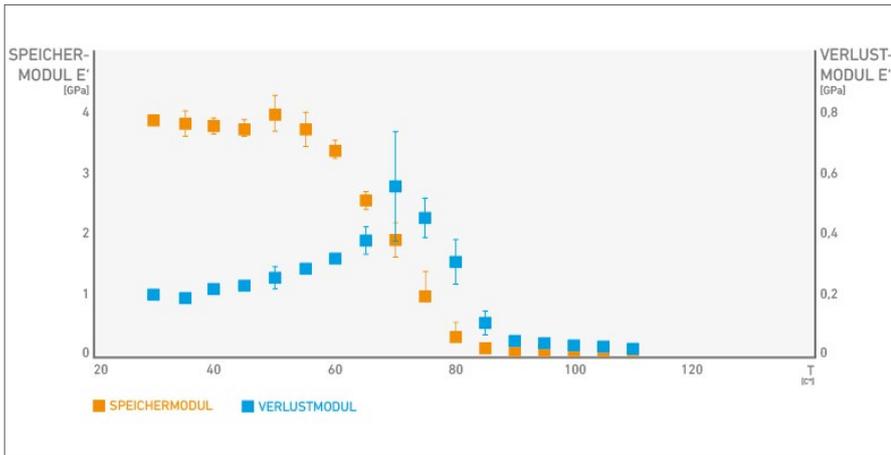
Kühle Temperaturen in der Nacht machten diese ungenügend elastisch und spröde. Die elastomere Dichtung wurde unterhalb ihrer T_g betrieben, die Abdichtfunktion war nicht mehr gegeben und Treibstoff trat aus.

Als wesentliche Charakterisierungsmethode im Bereich der thermischen Analyse gilt die dynamisch-mechanische Analyse. Durch Anwendung einer oszillierenden Kraft auf die Probe werden frequenz- und temperaturabhängig die viskoelastischen Eigenschaften sowie die elastischen Modulwerte bestimmt. Die Phasenverschiebung zwischen Anregungs- und Antwortsignal gibt Auskunft darüber, ob

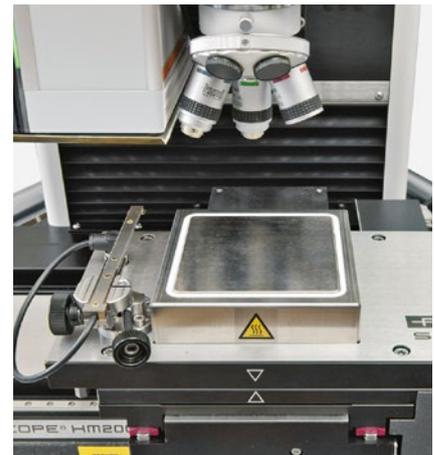
sich ein Material eher viskos oder elastisch verhält. Die Grafik auf der nächsten Seite zeigt, wie anhand der Elastizitätskennwerte der Glasübergang bei einer Lackprobe ermittelt werden kann.

Die Glasübergangstemperatur bestimmen

Der Elastizitätsmodul setzt sich zusammen aus dem Speichermodul E' als Realteil und dem Verlustmodul E'' als Imaginärteil. Der Speichermodul beschreibt den vom System speicherbaren Teil der mechanischen Energie, der Verlustmodul definiert das Maß für die vom Material dissipierte Energie. Im Beispiel ist bei Temperaturen bis 45 Grad Celsius der Verlustmodul sehr gering. Die Lackprobe reagiert wie ein Festkörper, die Verformungsarbeit wird während des Belastungsvorgangs fast vollständig gespeichert. Ab 50 Grad Celsius steigt der Verlustmodul stärker an. Die Lackprobe verliert ihre elastischen



Der Elastizitätsmodul setzt sich zusammen aus Speicher- und Verlustmodul. Der Glasübergang wird im Maximum des Verlustmoduls beziehungsweise im Wendepunkt des Speichermoduls erreicht.



Heiztisch SHS200 zur Analyse mechanischer Materialeigenschaften bis 200 Grad Celsius.

Graphik: Helmut Fischer

Bild: Helmut Fischer

Eigenschaften und die eingebrachte mechanische Energie wird großteils in Wärmeenergie umgewandelt. Gleichzeitig sinkt der Speichermodul. Im Maximum des Verlustmoduls beziehungsweise Wendepunkt des Speichermoduls ist der Glasübergang erreicht.

Mit dem Heiztisch SHS200 für die Nanoindentationssysteme Fischerscope HM2000 und Picodentor HM500 bietet Helmut Fischer das passende Zubehör, um bei Temperaturen von bis zu 200°C die Härte und elastischen Eigenschaften von Lacken und Kunststoffen zu bestimmen. Über den Dynamic Mode als zusätzliches Feature der leistungsfähigen Software WIN-HCU lassen sich die Werkstoffe noch genauer charakterisieren und die spezifischen Glasübergangstemperaturen prüfen und ermitteln.

Kunststoffe und Lacke umfassend zu charakterisieren. In einer Messreihe können sowohl verschiedene viskoelastische Eigenschaften, vom Elastizitäts-, Speicher- und Verlustmodul gemessen als auch die Glasübergangstemperatur bestimmt werden. Eine zusätzliche Messung von T_g mit weiteren Verfahren wie der dynamischen Differenzkalorimetrie ist deshalb nicht notwendig.

- Helmut Fischer GmbH
- www.helmut-fischer.com

Der Ablauf des Messverfahrens

Zunächst wird die Probe mit einer bestimmten Kraft von bis zu zwei Newton analog zu einer Eindringmessung belastet. Weiter wird eine zusätzliche, sehr kleine Sinusschwingung mit einer Amplitude von weniger als einem Millinewton auf diese Kraft aufgesetzt. Die Verformung des Materials bleibt im elastischen Bereich. Die Antwort des Probenmaterials wird gemessen, indem die Amplitude, die normalerweise wenige Nanometer beträgt, sowie eine Phasenverschiebung zwischen der Erregerschwingung und dem Antwortsignal betrachtet werden.

Die Messung startet automatisch, sobald der Heiztisch die vordefinierte Temperatur erreicht hat. Neben einem Hitzeschild zum Schutz des Messgeräts besteht der Grundkörper des Indentors aus Keramik, um dessen Wärmeausdehnung zu minimieren. So werden selbst bei längeren Messzeiten zuverlässige Werte erzielt.

Der Glasübergang ist für jeden Kunststoff spezifisch und beruht auf der verwendeten Messmethode, weshalb diese bei der Charakterisierung anzugeben ist. An welchem Punkt T_g liegt, hängt davon ab, wie dicht ein Kunststoff vernetzt ist. So ist diese bei einem Duromer wesentlich höher als bei einem Elastomer.

Den richtigen Anwendungsbereich finden

Die optimalen Anwendungsbereiche liegen bei amorphen Thermoplasten wie Polymethylmethacrylat (PMMA) unterhalb T_g , wohingegen Elastomere, wie an dem Beispiel des Challenger-Unglücks zu sehen, oberhalb T_g eingesetzt werden. Messungen mit den Nanoindentationssystemen Fischerscope HM2000 und Picco-Dentor HM500 in Verbindung mit dem Heiztisch SHS200 erlauben es,