

Durchführung und Modellierung von Relaxations- und Retardationsversuchen

1.1 Theoretische Grundlagen

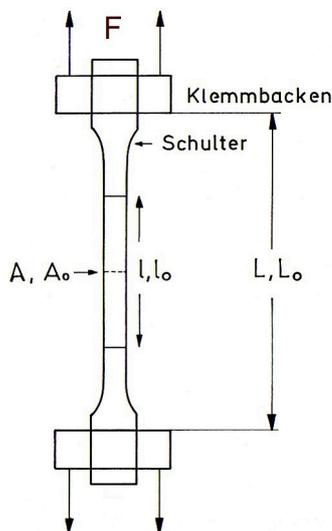
1.1.1 Einführung

Kunststoffe weisen charakteristische Merkmale und Verhaltensweisen auf, die sie von anderen Werkstoffen abgrenzen. Die Kenntnis und Beurteilung solcher Unterschiede ist von wesentlicher Bedeutung für einen sachgerechten Einsatz dieser Werkstoffe.

Infolge des makromolekularen Aufbaus ist die Festigkeit von Kunststoffen geringer als die der Metalle, weil zwischen den Molekülen die physikalischen Anziehungskräfte (welche?) stets kleiner sind als die elektrostatischen Bindungskräfte zwischen den Metallatomen. Verglichen mit konventionellen Konstruktionswerkstoffen, wie Stahl und Aluminium, haben Kunststoffe in der Regel nur mäßige mechanische Eigenschaften bzgl. der Belastbarkeit.

Bei einer Bauteilauslegung muss deshalb abgeschätzt werden, inwieweit die einwirkenden mechanischen Beanspruchungen zu einem Versagen führen könnten. Bauteilversagen kann durch unzulässige Verformung oder durch Rissbildung und Bruch auftreten. Eine sinnvolle Prüfmethode, die das Verformungsverhalten bei der Einwirkung von rein mechanischen Belastungen abschätzt, ist der Zugversuch. Die im statischen Zugversuch ermittelten Werkstoffkennwerte dienen als Grundlage zur statischen Berechnung von Konstruktionen.

1.1.2 Kraft- Verlängerungs- Schaubild



Das Zug- Dehnungs- Verhalten wird von Werkstoffen mit Hilfe des Zugversuches charakterisiert.

Ein Probekörper wird zwischen die Klemmbacken einer Zugprüfmaschine geklemmt; eine Klemme wird mit vorgeschriebener (z.B. konstanter) Geschwindigkeit bewegt, an der anderen Klemme wird die Kraft F gemessen. Die Messlänge l_0 muss innerhalb des schlanken Teiles mit konstantem Querschnitt definiert werden, ebenso wie die Querschnittsfläche A_0 .

Der Verlauf der Kraft F , der Messlänge l und der Querschnittsfläche A wird im deformierten Zustand gemessen. Dabei wird, wie in Abbildung 2 dargestellt, ein Zugspannungs (σ)- Verlängerungs (ϵ)- Diagramm aufgezeichnet.

Abbildung 1: Definition des Zugversuchs

Werkstoffkunde

Praktikum zur Werkstoffkunde

Zugversuch

- 3 -

Mit Hilfe der Gleichung (1. 1) lassen sich folgende Festigkeitskenngrößen ermitteln:

Zugfestigkeit σ_B	Zugspannung bei Höchstkraft	$\sigma_B = \frac{F_m}{A_0}$ [MPa]
Reißfestigkeit σ_R	Zugspannung im Augenblick des Reißens	$\sigma_R = \frac{F_R}{A_0}$ [MPa]
Streckspannung σ_S	Zugspannung, bei der die Steigung der Kurve erstmalig gleich Null wird	$\sigma_S = \frac{F_S}{A_0}$ [MPa]
x% Dehnspannung σ_{Sx}	Zugspannung, bei der die Kurve vom anfänglich linearen Verlauf abweicht	$\sigma_{Sx} = \frac{F_{Sx}}{A_0}$ [MPa]

Mit Hilfe der Gleichung (1. 2) lassen sich folgende Verformungskenngrößen ermitteln:

Dehnung bei Höchstkraft ε_B	$\varepsilon_B = \frac{\Delta L_{Fm}}{L_0}$ [%]
Reißdehnung ε_R	$\varepsilon_R = \frac{\Delta L_R}{L_0}$ [%]
Dehnung bei Streckspannung ε_S	$\varepsilon_S = \frac{\Delta L_S}{L_0}$ [%]

1.1.4 Das Elastizitätsmodul

Der Elastizitätsmodul wird aus Zugversuchen bestimmt. Der proportionale Bereich des Spannungs-Dehnungs-Diagramms ist mit dem Hookschen Gesetz beschreibbar.

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad [\text{MPa}] \quad (1. 3)$$

Bei den Metallen ist das eine Materialkonstante. Bei den Kunststoffen ist dieses aufgrund des viskoelastischen Verhaltens nicht der Fall. Deshalb ist eine Bestimmung dieser Größe lediglich im Bereich kleiner Verformungen möglich.

1.1.5 Viskoelastisches Verhalten

Die meisten Kunststoffe sind sowohl im festen als auch im flüssigen Zustand Materialien, die sich sowohl elastisch als auch viskos verhalten, weshalb sie auch als viskoelastische Materialien bezeichnet werden.

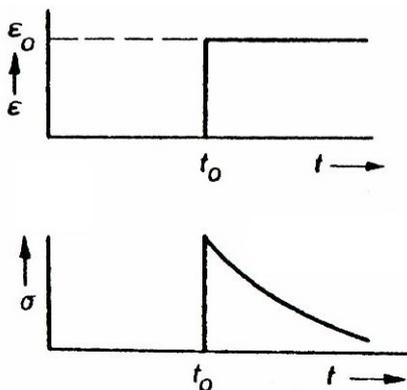
Als viskoelastisch wird ein überwiegend reversibles Verformungsverhalten bezeichnet, das sich aus einer zeitunabhängigen und einer zeitabhängigen Komponente zusammensetzt. Dieses Verhalten tritt vorwiegend bei Thermoplasten auf. Der jeweilige Anteil von zeitabhängiger und unabhängiger Verzerrung ist abhängig vom Strukturaufbau der Substanz, dem gegebenen Beanspruchungszustand, der Temperatur und der Zeit.

1.1.6 Langzeitverhalten

Wesentlich für die Beurteilung von Kunststoffen und ihren konstruktiven Einsatz ist ihr zeitliches Verhalten.

Erfasst wird diese Verhaltensweise im

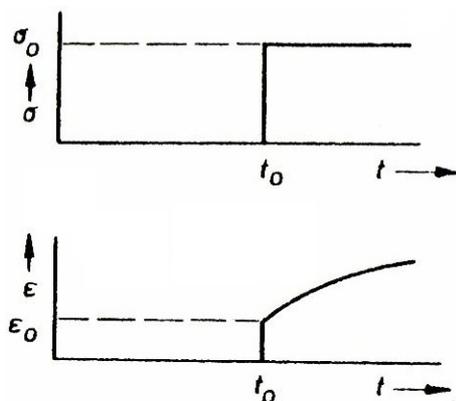
- Relaxationsversuch



Man spricht von (Spannungs-) Relaxation, wenn über einen langen Zeitraum Spannungen, die auf einem konstanten Verformungszustand basieren, abgebaut werden.

Abbildung 3: Spannungs- Relaxation (schematisch)

- Retardationsversuch



Man spricht von Retardation (Kriechen) eines Werkstoffs, wenn unter einer über einen langen Zeitraum wirkenden konstanten Spannung eine kontinuierliche Zunahme der Verformung stattfindet

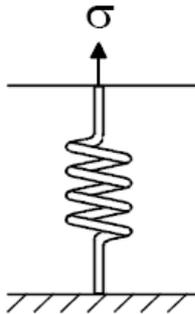
Abbildung 4: Kriechen (schematisch)

1.1.7 Mechanische Modelle zur Beschreibung der Viskoelastizität

Viskoelastisches Verhalten wird traditionell durch mechanische Modelle, bestehend aus elastischen Feder- und Dämpfungselementen, beschrieben. Letztere kann man sich als leicht bewegliche Stempel in mit viskoser Flüssigkeit gefüllten Zylindern vorstellen. Anhand dieser Modelle lassen sich Differentialgleichungen erstellen, mittels derer das Verformungsverhalten der untersuchten Polymere für unterschiedliche Belastungsmuster beschrieben werden kann.

Hookssches Gesetz

Das mechanische Verhalten eines rein elastischen Körpers gehorcht dem Hooksschen Gesetz (Gleichung (1. 3)) und kann modellhaft, wie in Abbildung 5 dargestellt, durch eine ideale Feder beschrieben werden.



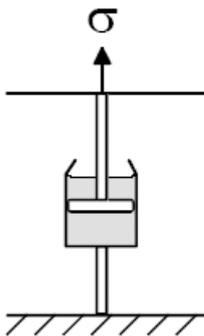
Die Spannung σ ist proportional zur Dehnung ϵ aber unabhängig von der Verformungsgeschwindigkeit. Die zur Verformung aufgebrauchte Energie kann vollständig zurückgewonnen werden. Der Elastizitätsmodul E ist unabhängig von der Geometrie und der Länge der Probe und somit eine charakteristische Materialeigenschaft.

Abbildung 5: Hooksche Feder

Newtonsches Gesetz

Das rheologische Verhalten einer ideal viskosen Flüssigkeit wird durch das Newtonsche Gesetz beschrieben (Gleichung (1. 4)) und kann, wie in Abbildung 6 dargestellt, durch ein Dämpfungselement symbolisiert werden.

$$\sigma(t) = \eta \cdot \frac{d\epsilon}{dt} \tag{1. 4}$$

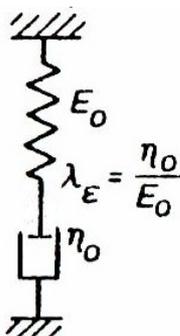


Danach ist die Spannung σ unabhängig von der Dehnung, aber proportional zur Dehnungsgeschwindigkeit. Der Proportionalitätsfaktor ist die materialspezifische Viskosität η .

Abbildung 6: Newtonsches Dämpfungselement

Bei kurzen Belastungszeiten wird ein elastisches Verhalten beobachtet, während die Eigenschaften bei längeren Zeiträumen viskoser Natur sind. Um diesem viskoelastischen Verhalten besser gerecht zu werden, wurden Modelle entwickelt, die beide Elemente kombinieren. Die wichtigsten Kombinationen von Feder und Dämpfer und ihr Deformationsverhalten werden durch die häufig verwendeten Maxwell- und Kelvin- Voigt- Modelle beschrieben.

Maxwell- Modell



Da die beiden Elemente in Reihe geschaltet sind, ist die Spannung in beiden gleich groß, und die Gesamtverformung ergibt sich als Summe der beiden Einzelverformungen.

Abbildung 7: Maxwell- Modell zur Modellierung der Relaxationsversuche

Infolge der Spannung σ entsteht eine Verformung ε , die aus einem elastischen ε_{el} und einem viskosen Anteil ε_{vis} besteht. Nach der zeitlichen Ableitung ergibt sich:

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_{el} + \dot{\varepsilon}_{vis} \quad (1.5)$$

Dabei gilt

$$\dot{\varepsilon}_{el} = \frac{\dot{\sigma}}{E_0} \quad (1.6)$$

und

$$\dot{\varepsilon}_{vis} = \frac{\sigma}{\eta} \quad (1.7)$$

Damit ergibt sich durch Umformen eine Differentialgleichung für σ :

$$\dot{\sigma} + \frac{E_0}{\eta} \cdot \sigma - E_0 \cdot \dot{\varepsilon} = 0 \quad (1.8)$$

Für den Relaxationsversuch gilt $\varepsilon = \text{konst}$ bzw. $\dot{\varepsilon} = 0$. Daraus folgt eine einfache Differentialgleichung für σ

$$\dot{\sigma} + \frac{E_0}{\eta} \cdot \sigma = 0 \quad (1.9)$$

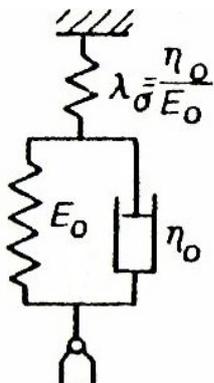
und daraus wird durch Integration

$$\sigma = \sigma_0 \cdot e^{-\frac{E_0 \cdot t}{\eta_0}} = \sigma_0 \cdot e^{-\frac{t}{\lambda}} \quad (1.10)$$

$$\lambda = \frac{\eta_0}{E_0} \quad (1.11)$$

λ Relaxationszeit [s]

Kelvin- Voigt- Modell



Da die beiden Elemente parallel geschaltet sind, ist die Verformung in beiden gleich groß, und die Gesamtspannung ergibt sich als Summe der beiden Einzelspannungen.

Abbildung 8: Kelvin- Voigt- Modell zur Modellierung der Retardationsversuche

Infolge der Verformung ε entsteht eine Spannung σ , die sich aus einem elastischen (σ_{el}) und einem viskosen Anteil (σ_{vis}) besteht.

$$\sigma = \sigma_{el} + \sigma_{vis} \quad (1.12)$$

Dabei gilt

$$\sigma_{el} = E_0 \cdot \varepsilon \quad (1.13)$$

und

$$\sigma_{vis} = \eta_0 \cdot \dot{\varepsilon} \quad (1.14)$$

Damit ergibt sich durch Umformen eine inhomogene Differentialgleichung für ε :

$$\eta_0 \cdot \dot{\varepsilon} + E_0 \cdot \varepsilon = \sigma \quad (1.15)$$

Die Lösung der inhomogenen Differentialgleichung lautet:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \left(1 - e^{-\frac{t \cdot E_0}{\eta_0}} \right) = \varepsilon_0 \left(1 - e^{-\frac{t}{\lambda}} \right) \quad (1.16)$$

$$\lambda = \frac{\eta_0}{E_0} \quad (1.17)$$

λ Retardationszeit [s]

Burger- Modell

Zur besseren Beschreibung des Verhalten eines realen Polymers wurde bei dem von Burger entwickelten und in Abbildung 9 dargestellten Modell ein Maxwell- und ein Kelvin- Voigt-Modell in Reihe geschaltet.

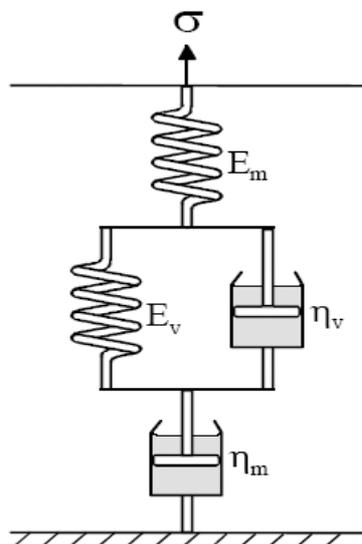


Abbildung 9 Burger- Element

Durch Kombination der Zustandsgleichungen für das Maxwell-Modell

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{1}{E_m} \cdot \frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\eta_m} \quad (1.18)$$

und das Voigt-Kelvin-Modell

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{\sigma}{\eta_v} - \frac{\varepsilon}{\lambda} \quad (1.19)$$

erhält man eine Differentialgleichung zweiter Ordnung. Diese liefert für das Kriechen:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \frac{\sigma}{\eta_m} \cdot t + \frac{\sigma}{E_v} \cdot (1 - e^{-t/\lambda}) \quad (1.20)$$

Verallgemeinerte Modelle

Bei der Betrachtung eines einzelnen Maxwell- Modells oder Kelvin- Voigt- Modells hat sich gezeigt, dass eine einfache exponentielle Funktion keine befriedigende Übereinstimmung mit dem Verhalten von Polymeren liefert. Bei einer quantitativen Beschreibung des experimentellen Verhaltens ist zu berücksichtigen, dass Polymere zahlreiche Konformationen besitzen, wobei eine Konformation in eine andere umgewandelt werden kann. Somit ist ein Spektrum von Relaxationszeiten (viele!) zu erwarten.

Ein solches Spektrum wird durch ein verallgemeinertes Maxwell- oder Kelvin- Voigt- Modell repräsentiert. Hierzu schaltet man, wie in Abbildung 10 dargestellt, eine große Anzahl von Maxwell- Elementen in parallele Anordnung

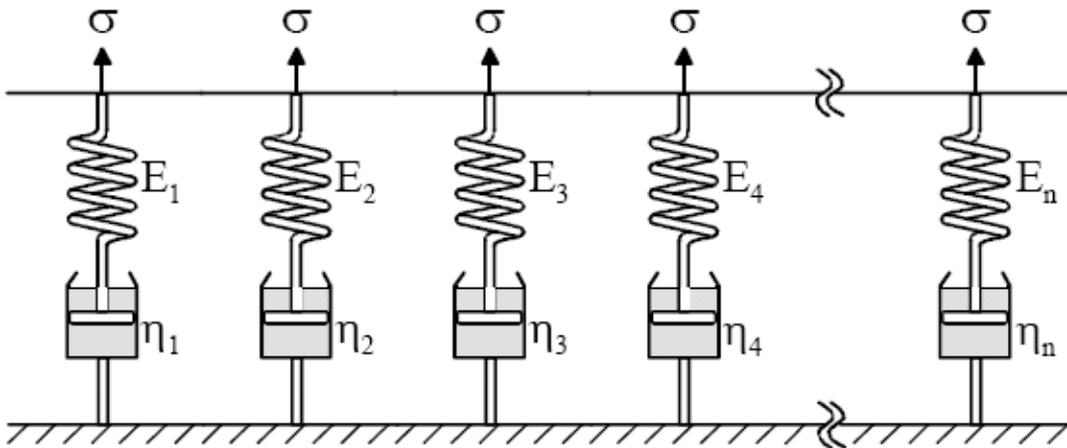


Abbildung 10: Generalisiertes Maxwell- Modell

bzw., wie in Abbildung 11 dargestellt, eine große Anzahl von Kelvin- Voigt- Elementen in Serie.

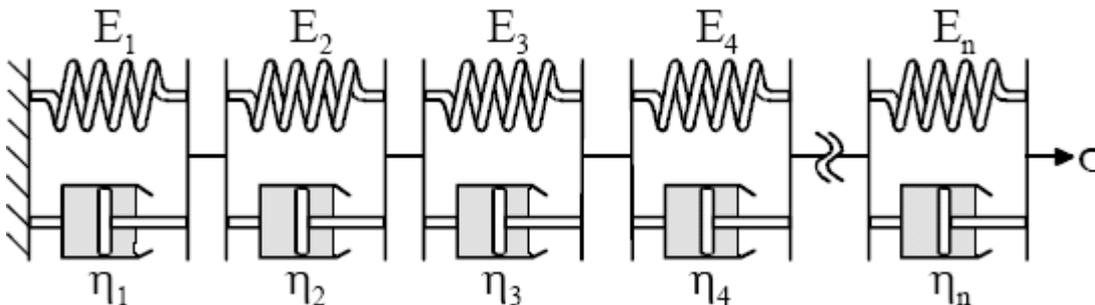


Abbildung 11: Generalisiertes Kelvin- Voigt- Modell

Werkstoffkunde

Praktikum zur Werkstoffkunde

Zugversuch

- 9 -

Durch Summation der Beiträge der einzelnen Elemente, die durch Gleichung (1. 10) gegeben sind, ergibt sich für das generalisierte Maxwell- Modell die Beziehung:

$$\sigma(t) = \sum_{i=0}^n \sigma_i \cdot e^{-\frac{t}{\lambda_i}} \quad (1. 21)$$

Schreibt man die Summe als Integral, ergibt sich ein Kontinuum von Maxwell- Elementen:

$$\sigma(t) = \sigma_{\infty} + \int_0^{\infty} \sigma(\lambda) \cdot e^{-\frac{t}{\lambda}} \cdot d\lambda \quad (1. 22)$$

Aus der Herleitung ergibt sich für die Relaxationsfunktion:

$$\sigma(t) = \sigma_{\infty} + \Delta\sigma \cdot e^{-t/\lambda} \quad (1. 23)$$

mit $\Delta\sigma = \sigma_0 - \sigma_{\infty}$ (1. 24)

σ_0 Anfangsspannung

σ_{∞} Relaxierte Spannung

$\Delta\sigma$ Relaxationsstärke

λ Retardationszeit

Analog erhält man für die Retardationsfunktion:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + \Delta\varepsilon \cdot (1 - e^{-t/\lambda}) \quad (1. 25)$$

mit $\Delta\varepsilon = \varepsilon_{\infty} - \varepsilon_0$ (1. 26)

ε_0 Anfangsdehnung

ε_{∞} Relaxierte Dehnung

$\Delta\varepsilon$ Retardationsstärke

λ Retardationszeit

1.2 Aufgabenstellung

- Bestimmen Sie den Elastizitätsmodul, die Bruchdehnung und die Zugfestigkeit von vorgegeben Proben (Fasern)!
- Teilen Sie die ermittelten Spannungs- / Dehnungskurven in unterschiedliche Bereiche ein!
- Stellen Sie das zeitabhängige viskoelastische Materialverhalten grafisch dar! Wählen Sie bei allen graphischen Auftragungen sinnvolle Stärken der Achsen, Beschriftung, Linien und Messpunktgrößen!
- ~~Bestimmen Sie die Relaxations- / Retardationszeit! Diskutieren Sie die die Ergebnisse im Zusammenhang!~~
- Führen Sie eine Fehlerrechnung durch!

1.3 Versuchsaufbau

1.3.1 Zubehör und Medien

- Zwick / Roell Material- Prüfmaschine
- Spannwerkzeuge
- PC mit Prüfsoftware (testXpert)
- Fasern
- Mikroskop
- Weife

1.3.2 Skizze des Versuchsaufbaus

Abbildung 12 zeigt eine Skizze des Versuchsaufbaus.

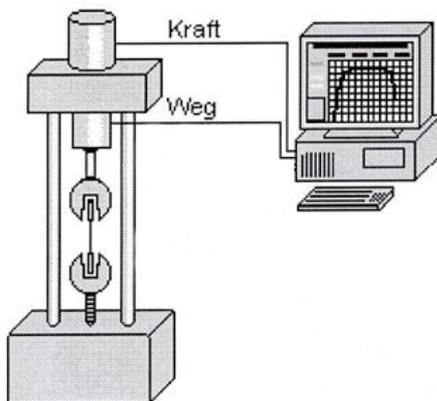


Abbildung 12: Skizze des Versuchsaufbaus

1.4 Versuchdurchführung

1.4.1 Vorbemerkung

Die genaue Einhaltung der geltenden Prüfbedingungen (**DIN 53834**) ist von besonderer Bedeutung. Die stärker als bei Metallen in Erscheinung tretende Abhängigkeit der geprüften Eigenschaften von der Zeit und der Temperatur wird berücksichtigt durch vorgeschriebene Prüfgeschwindigkeiten und sorgfältige Beachtung der einzuhaltenden Prüftemperatur.

Alle Kenngrößen werden als Mittelwerte aus den Versuchsergebnissen der Prüfung 5 gleichartiger Proben berechnet.

1.4.2 Bestimmung der Feinheit

Mit Hilfe einer Weife werden 5 m Probe gewickelt und gewogen.

Die Feinheit ist wie folgt definiert:

$$1 \text{ tex} = 1 \text{ g} / 1000 \text{ m} \quad (1. 27)$$

Mit Gleichung (1. 27) wird die Feinheit der Probe ermittelt und mit der Tabelle 1 der DIN-Norm 53834 verglichen.

1.4.3 Bestimmung des Ausgangsquerschnitts A_0

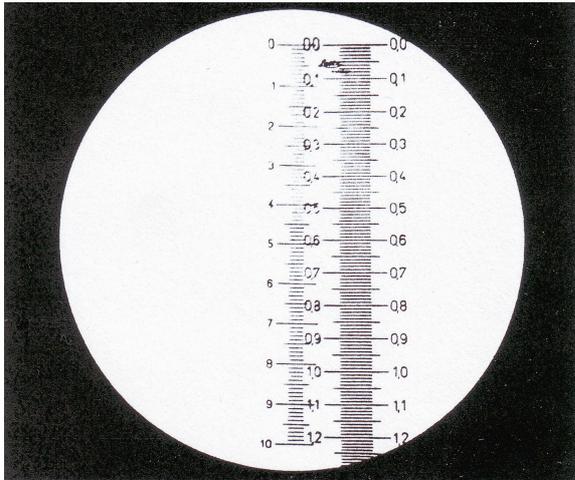


Abbildung 13 Teilung der Strichplatte im Okular und Bild des Objektmikrometers

Längenmessungen am mikroskopischen Objekt erfolgen in Verbindung mit einem Messokular mit Strichplatte. Vor Beginn der Messung muss der Mikrometerwert des benutzten Objektivs bekannt sein. Unter Mikrometerwert versteht man die Strecke in der Objektebene, die von dem Objektiv gerade auf ein Intervall der Strichplattenteilung im Messokular abgebildet wird.

Ermitteln des Mikrowertes mit Hilfe eines Objektmikrowertes (2 mm = 200 Teile) und eines Messokulares mit Strichplatte (100 Teile):

Im Mikroskop Nullstriche von Messokular und Objektmikrometer zur Deckung bringen. Das Ablesen des Mikrometerwertes erfolgt bei unveränderter Einstellung am Ende der Teilung des Messokulares.

Treffen x mm des Objektmikrometers auf 100 Intervalle des Messokulares, so ist der Mikrometerwert = $x : 100$.

Das Objektmikrometer wird entfernt und die Probe unter dem Mikroskop gehalten. Danach wird der Durchmesser der Probe in Abhängigkeit der Intervalle bestimmt. Mit dem bestimmten Durchmesser wird der Probenquerschnitt ermittelt.

1.4.4 Zugversuch

Vor den tatsächlichen Messungen muss man folgende Angaben kennen:

- Die Vorkraft, die mit Hilfe der bereits ermittelten Feinheit bestimmt wird,
- und die Verformungsgeschwindigkeit.

Um die Verformungsgeschwindigkeit zu bestimmen, wird die Probe bei der bekannten Vorkraft und bei einer beliebigen Verformungsgeschwindigkeit gezogen. Aus dem erzeugten

Werkstoffkunde

Praktikum zur Werkstoffkunde

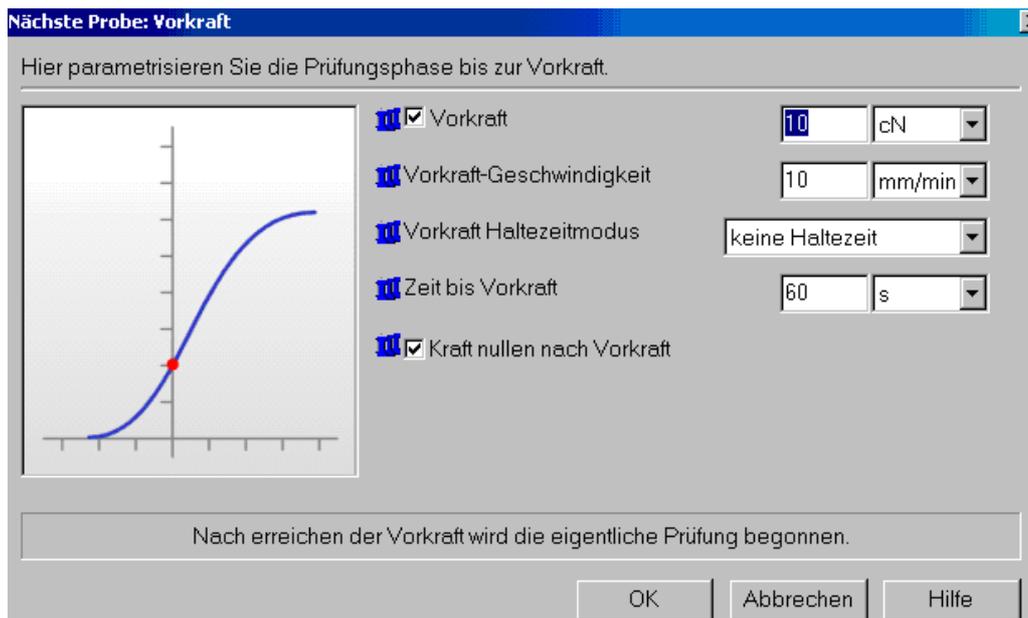
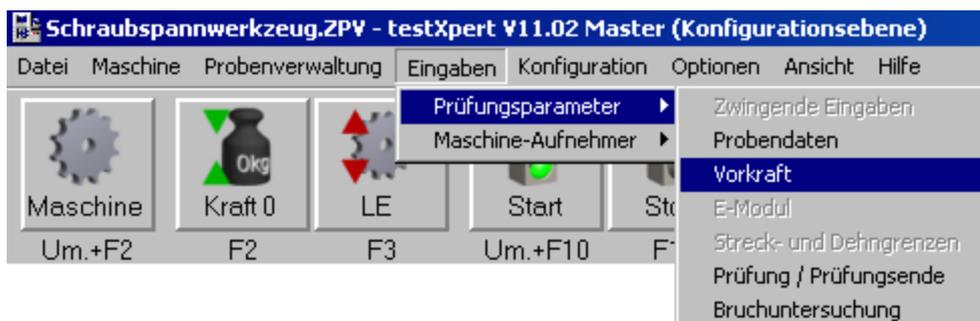
Zugversuch

- 12

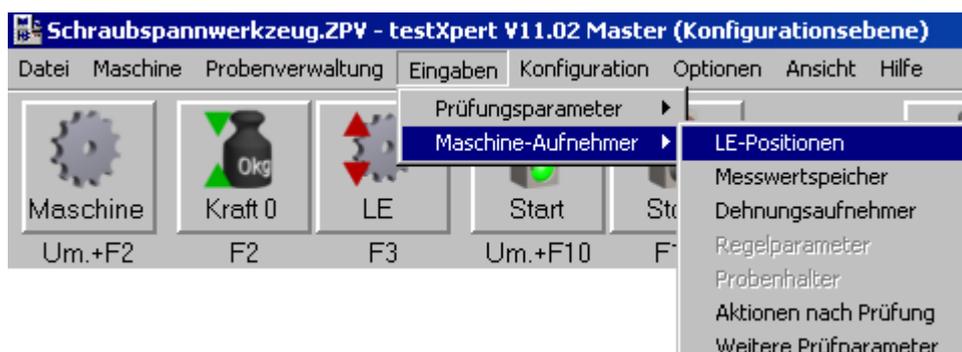
Diagramm wird die Dehnung bei der Höchstzugkraft abgelesen und mit der Tabelle 2 der DIN- Norm 53834 verglichen.

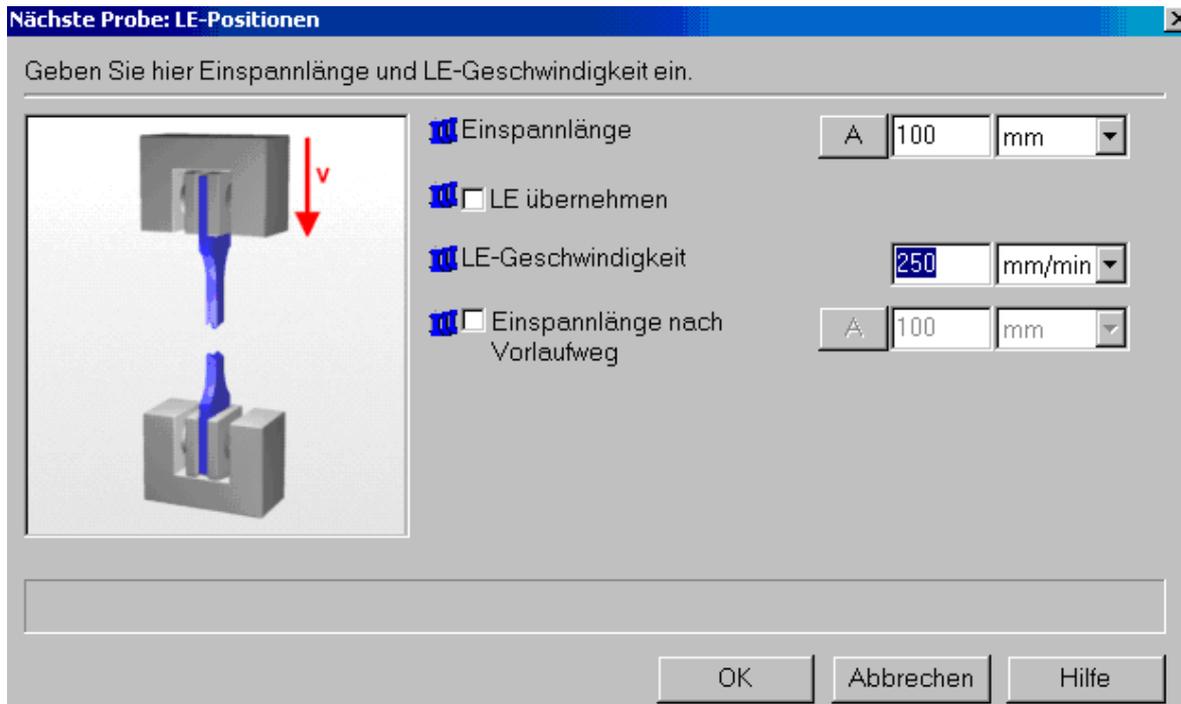
Messen mit der Prüfvorschrift „Schraubspannwerkzeug“

- testXpert- Programm starten durch doppelklicken des Icons „testXpert Maschinen“.
- Laden der Prüfvorschrift „Schraubspannwerkzeug“.
- Vorkraft ändern.



- Verformungsgeschwindigkeit ändern.





- Probe zwischen die Klemmbanken der Zugprüfmaschine zentrisch klemmen.
- Nach Einspannen auf „Kraft 0“ drücken und dann auf „Start“. Die Messung wird gestartet.



- Nach Beenden der Messung auf „LE“ drücken. Dadurch wird die Anfangseinspannlänge wieder eingestellt.

Sind Vorkraft und Verformungsgeschwindigkeit bekannt, erfolgt die Messung (5 fach) der Probe.

1.4.5 Viskoelastisches Materialverhalten

Der Versuch wird wie der Zugversuch durchgeführt, aber bei verschiedenen Verformungsgeschwindigkeiten (50 mm/min, 100 mm/min, 150 mm/min, 200 mm/min).

1.4.6 Relaxations- / Retardationsversuch

Messen mit der Prüfvorschrift „Relaxationsmessung“ und „Retardationsmessung“

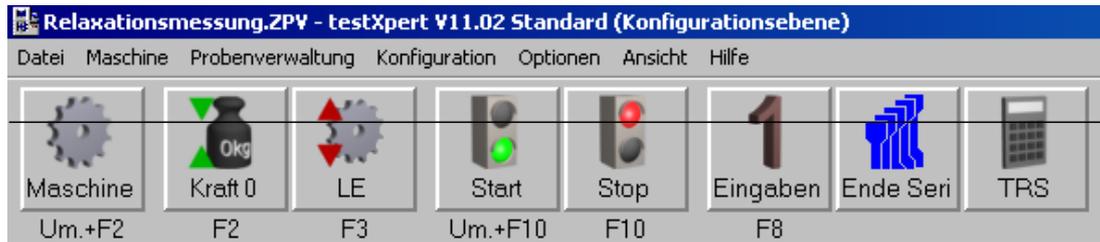
- Laden der Prüfvorschrift „Relaxationsmessung“ / „Retardationsmessung“.
- „Eingaben“ drücken.

Werkstoffkunde

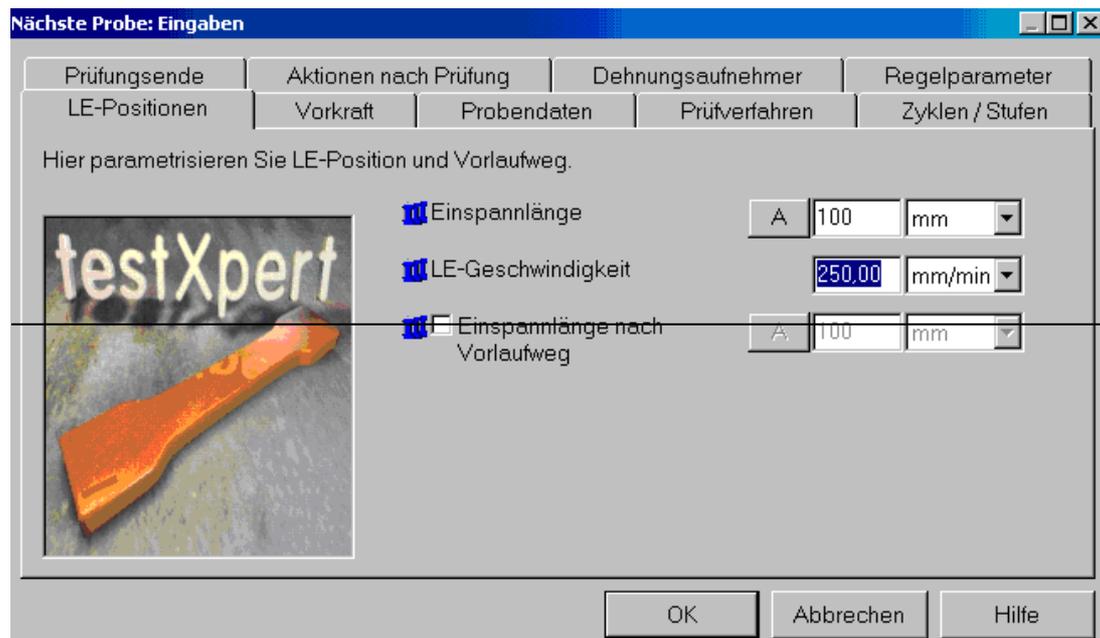
Praktikum zur Werkstoffkunde

Zugversuch

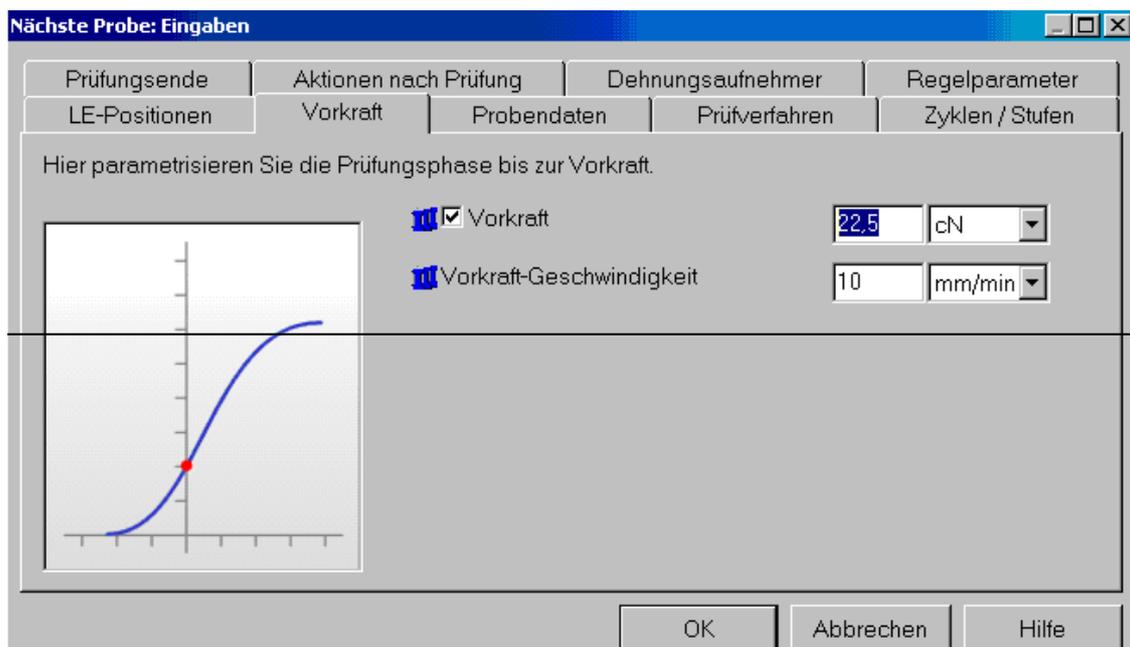
- 14



- Verformungsgeschwindigkeit ändern.



- Vorkraft ändern.



- Probe zwischen die Klemmbacken der Zugprüfmaschine zentrisch klemmen.

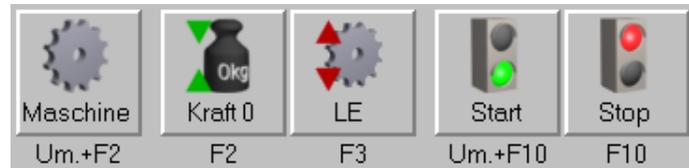
Werkstoffkunde

Praktikum zur Werkstoffkunde

Zugversuch

- 15

- Nach Einspannen auf „Kraft 0“ drücken und dann auf „Start“. Die Messung wird gestartet.



- Nach Beenden der Messung auf „LE“ drücken. Dadurch wird die Anfangseinspannlänge wieder eingestellt.
Sind Vorkraft und Verformungsgeschwindigkeit bekannt, erfolgt die Messung (5 fach) der Probe.

1.5 Auswertung der Messungen

- Die vermessenen Kraft- Dehnungsdiagramme werden in einer Graphik dargestellt. Achten Sie bei der Erstellung aller Diagramme auf eine sinnvolle Darstellung! Das betrifft vor allem die Größe der Messpunkte, Beschriftungen und Linienstärken!
- Stellen Sie Spannungs- Dehnungsdiagramme in einer Graphik dar!
- Teilen Sie dieses Diagramm in verschiedene Bereiche ein und begründen Sie ihre Entscheidung!
- Ermitteln Sie aus dem elastischen Bereich den Elastizitätsmodul!
- Tragen Sie auf ein Diagramm die Bruchspannung und Bruchdehnung von Spannungs-Dehnungskurven bei verschiedenen Verformungsgeschwindigkeiten auf! Erläutern Sie anhand dieses Diagramms das viskoelastische Verhalten von Kunststoffen.
- ~~Die Relaxations-/Retardationszeit soll mit den im theoretischen Teil erläuterten Modelle durch Minimierung der Quadratsumme mit dem Newton Verfahren ermittelt und miteinander verglichen werden. Gemessene und berechnete Werte werden in einer Graphik dargestellt.~~
- Führen Sie eine Fehlerdiskussion durch!

1.6 Sicherheitshinweise

Folgende Sicherheitshinweise sind zu beachten:

- Während der Laborarbeiten ist ständig Sicherheitsbekleidung (festes Schuhwerk, Laborkittel, Schutzbrille) zu tragen!
- Stellen Sie keine Gegenstände in den Arbeitsraum der Material- Prüfmaschine oder auf die Prüfwerkzeuge.
- Hantieren Sie nie bei laufender Material- Prüfmaschine im Arbeitsraum.
- Nach der Prüfung besteht während dem Zurückfahren in die Ausgangsposition Quetschgefahr. Erst wenn die Prüfung beendet ist und keine Fahrbewegung mehr vorliegt, dürfen Sie in den Arbeitsraum fassen.
- Prüfen Sie nur korrekt und mittig eingespannte Proben. Exzentrisches Einspannen belastet den Kraftaufnehmer in unzulässiger Weise, so dass Zerstörungsgefahr für diesen besteht.
- Öffnen Sie nie unter Kraft stehende Spannwerkzeuge. Vor dem Öffnen müssen Sie die eingespannte Probe ganz entlasten.

1.7 Literatur

1. Friedrich Rudolf Schwarzl: „Polymermechanik – Struktur und mechanisches Verhalten von Polymeren“, Springer- Verlag, 1990.

2. H.-G. Elias, "Makromoleküle", Hüthig & Wepf Verlag,