

Vertrauen ist gut, prüfen ist besser

Fortschritte in der Kunststoffprüfung vervollständigen die Eigenschaftsbilder

Eine der wichtigsten Voraussetzungen für die Sicherung einer hohen Bauteilqualität ist der Zugang zu möglichst exakten und effizienten Prüfungen mit modernen Messmethoden und -systemen. Oftmals führt auch die Kombination bereits bekannter Methoden zu neuen Erkenntnissen.

Die Grundaufgabe der Kunststoffprüfung besteht im Bereitstellen von werkstoffwissenschaftlich begründeten Kenngrößen zur Bewertung der Gebrauchstauglichkeit von Kunststoffteilen. Diese sollen nach Möglichkeit nicht nur einen Ist-Zustand klassifizieren, sondern auch Anwendungsgebiete definieren und Lebensdauerprognosen ermöglichen. Das gilt insbesondere vor dem Hintergrund einer ressourcenschonenden Produktion, die nur durch eine möglichst vollständige Ausnutzung der Materialeigenschaften, also durch einen rationellen Materialeinsatz gelingen kann.

Mit den Kunststoffen als vergleichsweise junge Materialgruppe begannen die wesentlichen Neu- und Weiterentwicklungen in der Kunststoffprüfung erst vor ca. vier Jahrzehnten und in vielen Fällen zunächst auf Basis der etablierten Prüfverfahren aus dem Metallbereich. Es stellte sich allerdings schnell heraus, dass die vergleichsweise stark ausgeprägte Abhängigkeit der Materialeigenschaften der Kunststoffe von Temperatur und Zeit bzw. Deformationsgeschwindigkeit eine Reihe von neuen Untersuchungsmethoden erforderlich macht. Außerdem war es notwendig, die Messbereiche, z.B. Kraftniveaus, Deformationswege und Zeitmessfenster auf die Anforderungen der Kunststoffe anzupassen. Damals und auch heute liefert die rasante Entwicklung der elektronischen Messtechnik dazu die notwendige Unterstützung. Heutzutage schreitet die Weiterentwicklung der Kunststoffprüfung auch aufgrund des ausgeprägten interdisziplinären Charakters auf breiter Front voran. Empfindlichere und schnellere Messmethoden sowie maßgeschneiderte Prüfun-



Ein modern ausgestattetes chemisches Labor ist für kunststoffanalytische Untersuchungen unverzichtbar (Bild: SKZ)

gen für Fertigteile einschließlich zerstörungsfreier Untersuchungsverfahren sind an der Tagesordnung. Vor dem Hintergrund steigender Energie- und Betriebsmittelkosten gewinnen ressourceneffiziente Testmethoden auch in der Prüftechnik mehr und mehr an Bedeutung. Einige der genannten Entwicklungstrends sollen anhand verschiedener Beispiele näher beleuchtet werden.

Analytik in Kombination

Die Anzahl der Kunststoffprodukte, die hohe Anforderungen hinsichtlich Materialeinheit, Oberflächenqualität und Sauberkeit erfüllen müssen, steigt mehr und mehr an. Das bedeutet im Umkehr-

schluss, dass auch die Nachweismethoden zur Identifizierung von kleinsten Fehl- bzw. Defektstellen mit dieser Entwicklung schritthalten müssen, um zeitnah geeignete Abhilfe- bzw. Optimierungsmaßnahmen einleiten zu können. Die sogenannte Tip-Enhanced Spectroscopy gehört auf diesem Gebiet zu einer Entwicklung, die das reine Forschungsstadium erst seit wenigen Jahren verlassen hat. Vereinfacht ausgedrückt werden hierbei die Messprinzipien von Rasterkraftmikroskopie und Raman- bzw. Infrarotspektroskopie kombiniert, um kleinste Probenbereiche entsprechend analysieren zu können (Bild 1). Die erreichbaren lateralen Auflösungen liegen unter 20 nm und befinden sich somit weit jenseits »

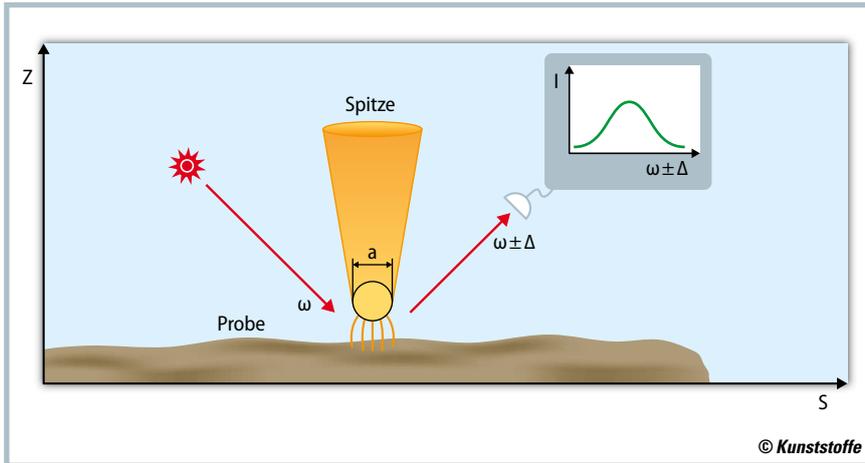


Bild 1. Allgemeines Messprinzip der TERS-Methode (Tip-Enhanced Raman Spectroscopy). Eine AFM-Messnadel mit $a < 20 \text{ nm}$ interagiert mit der Probenoberfläche. Ein externes Anregungssignal wird dadurch lokal verstärkt und erlaubt eine probenspezifische Materialanalytik mit einer im Vergleich zur klassischen Beugungsgrenze 30 bis 60-fach höheren Auflösung (Bild: Bruker)

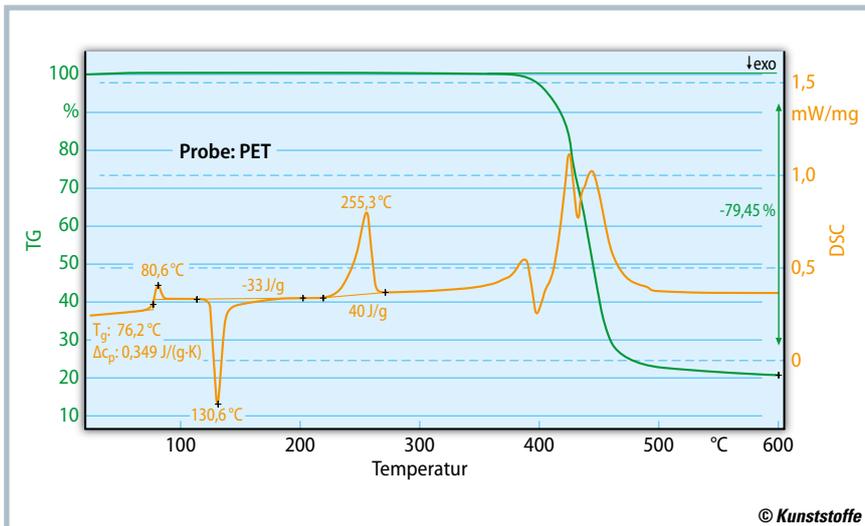


Bild 2. STA-Messdiagramm (Simultane thermische Analyse) zur Untersuchung und Abgrenzung von kalorischen Effekten und Masseveränderungen in einem Messlauf (Bild: Netzsch)

der klassischen Abbeschen Beugungsgrenze. Dadurch können z.B. auch einzelne „Carbon Nanotubes“ detektiert und hinsichtlich Aufbau und Struktur sehr genau analysiert werden [1, 2].

Von zunehmender Bedeutung sind auch andere gekoppelte Analysemethoden wie z.B. die Thermogravimetrie/Infrarotspektroskopie, die Thermogravimetrie/Differenzthermoanalyse (**Bild 2**) oder die große Gruppe der chromatographischen Verfahren zur genaueren Material- bzw. Rezepturanalyse. Auch bei der Untersuchung von Alterungs- und Abbaumechanismen sowie bei der Aufklärung von Schadensfällen sind Analysen dieser Art besonders hilfreich, da sie über äußerst hohe Ansprechemp-

findlichkeiten auf molekulare Veränderungen verfügen.

Bauteilprüfungen und zerstörungsfreie Untersuchungsmethoden

Die Möglichkeiten zur Komplettprüfung von Fertigteilen auf Funktions- und Gebrauchsfähigkeit werden kontinuierlich ausgebaut, da sie für die Endabnahme häufig unerlässlich sind. Größer und komplexer werdende Kunststoffteile bedingen somit in vielen Fällen auch ein entsprechendes „Wachstum“ von prüftechnischen Anlagen. Beispielsweise existieren für den Großrohrbereich mittlerweile Kugelfallprüfgeräte, mit denen es möglich ist, die Zähigkeit von Rohrabschnitten

mit Durchmessern von bis zu 1600 mm zu untersuchen. Dabei werden Fallhöhen von bis zu 4 m realisiert (**Bild 3**). Ein weiteres Beispiel ist ein modular aufgebautes Prüfsystem, mit dem sowohl zahlreiche mechanische Eigenschaften als auch die Bruchmechanik größer dimensionierter Proben aus Faserverbundmaterial untersucht werden können, die u.a. im Flugzeugbau eine wichtige Rolle spielen (**Bild 4**).

Ein anderer Ansatz der Bauteilprüfung ist die Anwendung zerstörungsfreier Prüfverfahren (ZFP) wie z.B. die Computertomographie, die Thermographie, die Ultraschallmesstechnik oder die Terahertz-Technologie. Mit diesen Verfahren können Schadstellen und Inhomogenitäten im Inneren von Bauteilen oder auch Schichtdickenunterschiede rückwirkungsfrei untersucht werden. Die Messdaten erlauben daraufhin Aussagen über den Zustand und die Verwendbarkeit von Bauteilen oder Halbzeugen wie z.B. Rohre (**Bild 5**) [3]. Jede ZFP-Methode weist allerdings verfahrensbedingt charakteristische Vor- und Nachteile auf, z.B. hinsichtlich Fehlererkennbarkeit und Prüfzeit. Zudem sind einige Verfahren auf punktuelle Messungen limitiert, wohingegen andere auch bildgebend eingesetzt werden können. Zu beachten ist außerdem, dass meist ein hohes Maß an Expertenwissen

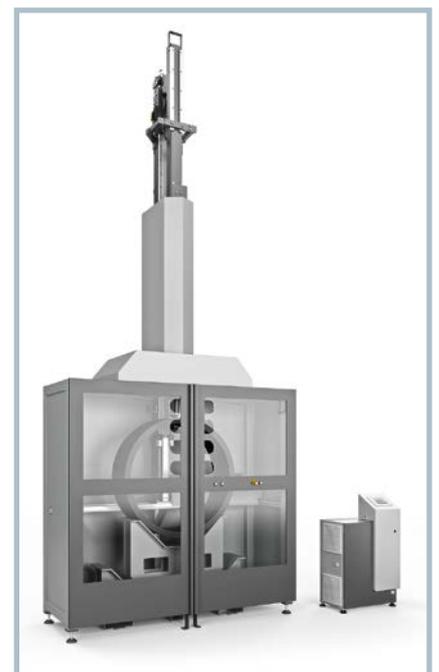


Bild 3. Kugelfallprüfgerät für Großrohre zur Bestimmung der Widerstandsfähigkeit gegen äußere Schlagbeanspruchung (Bild: IPT)



Bild 4. Modulares Prüfsystem für Faserverbundwerkstoffe. Die Maschine ermöglicht mechanische Tests an größeren Proben mit Prüfkräften von bis zu 600 kN in einem Temperaturbereich zwischen -55 °C und 350 °C gemäß allgemeinen Normvorgaben oder firmeneigenen Regelwerken von Airbus oder Boeing (Bild: Zwick)

und Erfahrung notwendig ist, um die Ergebnisse zielgerichtet für den vorliegenden Sachverhalt interpretieren zu können. Dies ist ein Grund dafür, dass Zertifizierer von Prüfpersonal und anwendungsnahe Untersuchungen zum Thema

„Effect of defect“ immer mehr an Bedeutung gewinnen.

Zeitraffende Prüfungen

Die von Kunststoffbauteilen geforderten Nutzungsdauern überschreiten die Entwicklungszeiten oft deutlich, sodass deren Eigenschaften nur zeitraffend ermittelt werden können. Dabei zeigt sich der prüftechnisch herausfordernde Trend zu längeren Nutzungsdauern bei gleichzeitig kürzer werdenden Entwicklungszeiten.

Die klassische Methode zur Zeitraffung ist die Erhöhung der Prüftemperatur, also die Anwendung des Zeit-Temperatur-Verschiebungsprinzips. Gerade in den letzten Jahren wurden aber auch neue Schnelltestmethoden etabliert. Ein Beispiel hierfür ist die Stepped Isothermal Method (SIM) zur Untersuchung des Langzeit-Kriechverhaltens [4]. Hierbei durchläuft eine einzelne Probe mehrere Temperaturstufen, und aus der resultierenden Dehnungsantwort wird eine Kriech-Masterkurve generiert. Mit der Methode ist es prinzipiell möglich, mit einer Messzeit von circa zwei Tagen ein Kriechverhalten von bis zu 100 Jahren zu prognostizieren (**Bild 6**). Anstelle von Alterungstests in Wärmeöfen werden inzwischen auch Alterungstests im Hochdruckautoklaven durchgeführt, um das thermo-oxidative Versagen von Kunststoffen bei einer extremen Zeitraffung unter- »

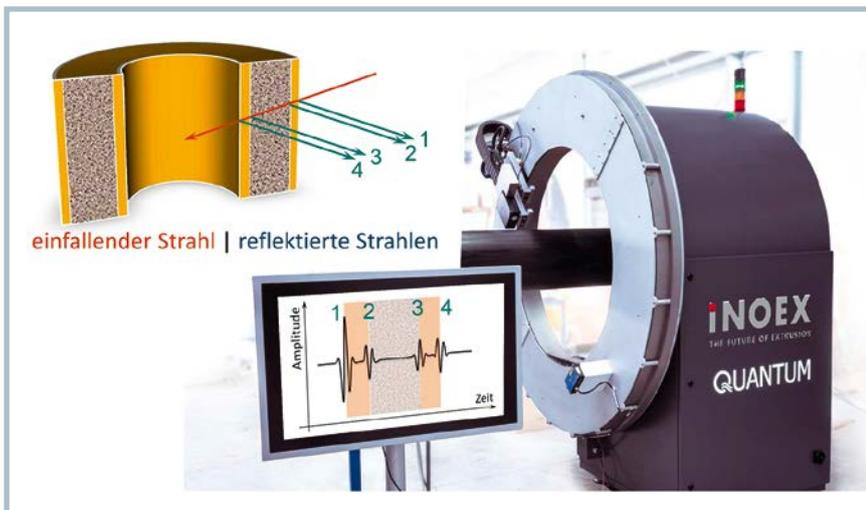


Bild 5. Prinzip einer Schichtdickenmessung mittels Terahertz-Technik. An Grenzflächen wird ein Teil der einfallenden Strahlung reflektiert bzw. transmittiert. Aus der Laufzeit zwischen den Pulsen kann unter Kenntnis des Brechungsindex auf die Schichtdicke geschlossen werden (links). Erstes kommerziell erhältliches THz-Schichtdickenmesssystem für die Prozessüberwachung in der Kunststoffrohrextrusion (rechts) (Bilder: SKZ und Inoex)



Bild 6. SIM-Apparatur (Stepped Isothermal Method) zur zeitraffenden Ermittlung des Kriechverhaltens von Kunststoffen (Bild: SKZ)

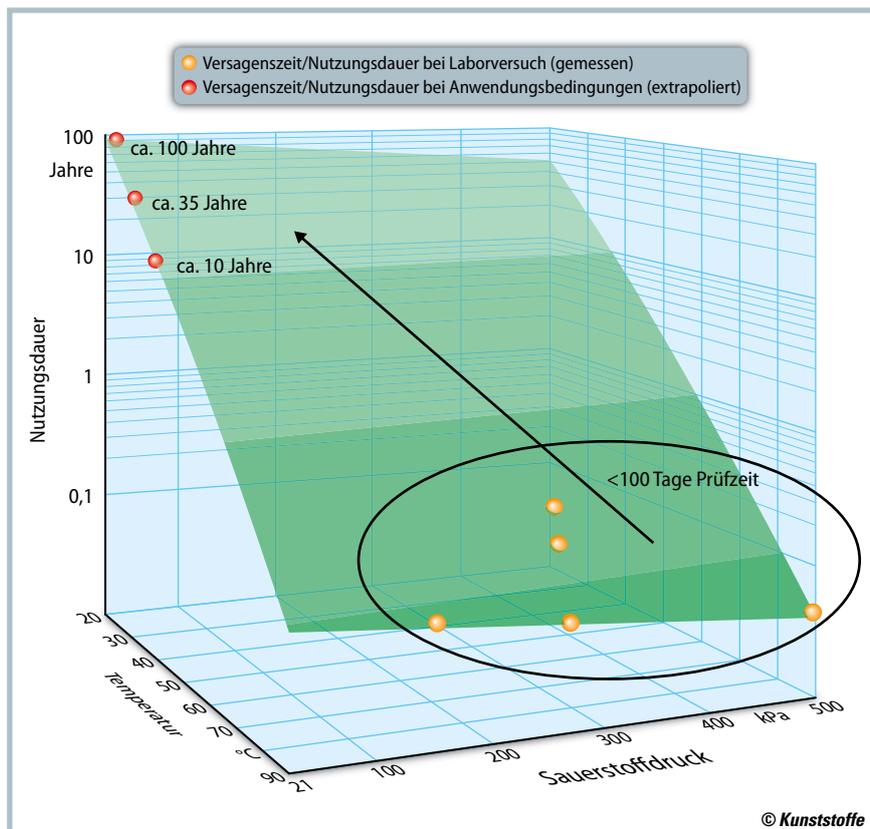


Bild 7. Prinzip der Lebensdauerextrapolation auf Basis von Hochdruckautoklaventests (Bild: SKZ)

suchen zu können. Dazu werden neben einer erhöhten Temperatur erhöhte Sauerstoffpartialdrücke bis zu 50 bar zur Beschleunigung der Alterungsvorgänge genutzt (Bild 7) [5].

Auch bei Bewitterungstests, d. h. im Bereich der zeitraffenden Strahlungsalterung, gibt es Neuentwicklungen. Mit Hilfe einer sogenannten Kaltspiegeltechnik ist es möglich, stark beschleunigte

Freibewitterungsversuche durchzuführen (Bild 8). Das Funktionsprinzip basiert auf einem Spiegelsystem, das über einen hohen Reflexionsgrad im UV/VIS-Bereich sowie über eine gedämpfte Reflexion im IR-Bereich des Solarspektrums verfügt. Dadurch können hohe UV-Bestrahlungsstärken erzielt werden, ohne dass die Proben zu stark erwärmt werden. In der Laborbewitterung gehen Entwicklungen ebenfalls in diese Richtung. Es werden mittlerweile auch im Normungswesen Methoden erarbeitet, die in bestimmten Fällen valide Aussagen zur Materialalterung bei zwei- oder sogar dreifach überhöhter Bestrahlungsstärke, also bei Prüfungen mit zwei oder drei „Sonnen“, erlauben [6].

Prozessnahe Prüfmethode

Durch die Entwicklungen im Rahmen der Industrie 4.0 schreitet die Integration von Sensoren in Produktionsmaschinen auch in der Kunststoffverarbeitung schnell voran. Ein Beispiel in diesem Zusammenhang ist die Farbmessstechnik. Mittlerweile existieren elegante Methoden, mit denen es möglich ist, bereits frühzeitig im Herstellungsprozess Aussagen über die Farbattribute eines Fertigteils treffen zu können. Diese reichen von der Inline-Schmelzfarbmessung über die Inline-Farbprüfung am Strang oder Extrudat bis hin zur Inline-Bauteilprüfung beim Spritzgießen [7]. Auf diese Weise kann mit einem vergleichsweise geringen Aufwand eine 100%-Kontrolle erfolgen. Bei prozessnahen Farbmessmethoden muss allerdings die Thermochromie der eingefärbten Kunststoffe, d. h. deren temperaturabhängige Farbänderung berücksichtigt werden. Hierzu können z. B. Berechnungsverfahren eingesetzt werden, die auf Datenbanken mit materialabhängigen Korrekturkoeffizienten zurückgreifen.

Ein weiteres Beispiel stellt die Inline-Thermographie dar. Das Verfahren nutzt eine kompakte Thermokamera zur Detektion der vom Bauteil abgestrahlten Prozesswärme. Durch Vergleich der Wärmebilder eines zuvor eingemessenen Referenzteils (Sollzustand) mit denen von Serienteilen ergibt sich die Möglichkeit, bei etwaigen Abweichungen, z. B. aufgrund von Temperierfehlern, schnellstmöglich eingreifen zu können. Betroffene Teile können so einfach aussortiert werden. Möglich ist aber auch der Aufbau



Bild 8. UA-EMMA-Prüfstand (Ultra-Accelerated Equatorial Mount with Mirrors for Acceleration) zur Durchführung beschleunigter Freibewitterungsversuche (Bild: Atlas Material Testing Technology)

eines Regelkreises, mit dem eine automatische Berechnung der Stellgrößen für eine gleichbleibende Werkzeugtemperierung auf Basis eines Differenzwärmebilds realisiert wird (**Bild 9**) [8, 9].

Energie- und Ressourceneffizienz

Kunststoffprodukte tragen heute in einer Vielzahl von Anwendungsfeldern zur Effizienzsteigerung bei. Sei es als Dämmstoff

in der Gebäudeisolation, als leichtes CFK-Bauteil in der Fahrzeugtechnik, als Backsheet in der Photovoltaik oder als Rotorflügel einer Windkraftanlage aus Faserverbundwerkstoffen. Das Thema Energiewende ist somit stark mit dieser Materialklasse gekoppelt. Ganzheitlich betrachtet, sollten daher auch die Prüf- und Zulassungsverfahren zur Validierung der Gebrauchstauglichkeit solcher Produkte effizient ablaufen.

Derzeit sind zahlreiche der in diesem Zusammenhang etablierten Verfahren noch langwierig und kostenintensiv. Auch das Thema Normalklima stellt für heutige Prüflaboratorien einen nicht zu unterschätzenden Aufwand an Klimatechnik und einen damit verbundenen hohen Energieverbrauch dar. Dadurch ergibt sich neben der Einführung effizienterer Prüfverfahren an sich als zweiter Ansatzpunkt die konsequente Nutzung von Energieeinsparpotenzialen.

Beispielsweise installierte das SKZ auf Basis eines zunächst durchgeführten Energiemonitorings ein Block- »

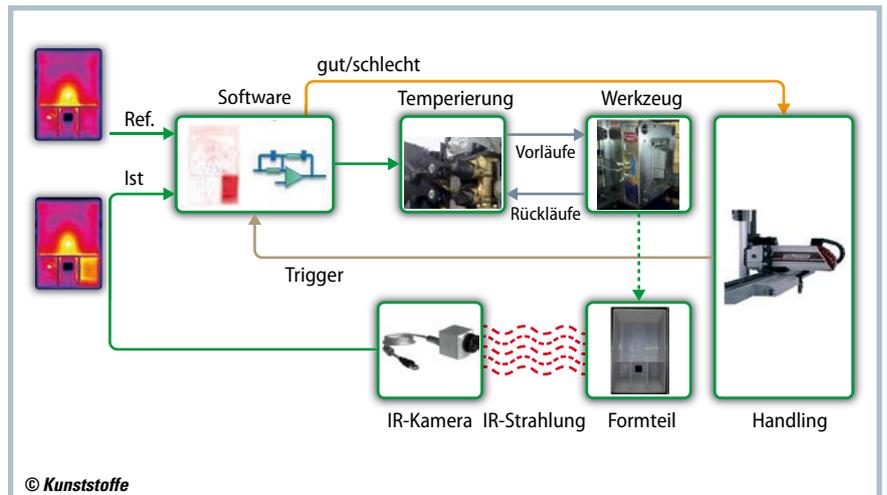


Bild 9. Blockschaltbild Inline-Thermographie. Ein Soll-Ist-Vergleich von Wärmebildern dient zum Aussortieren von potenziellen Schlechteilen und zum Aufbau eines Regelkreises (Bild: SKZ)

heizkraftwerk, dessen thermische Energie ganzjährig für die Heizung und Klimatisierung genutzt werden kann. Ein weiterer Ansatz war die Nutzung solarthermischer Energie für die Erwärmung von Prüfbeckern, mit dem es gelang, die energieintensive Zeitstandinnendruckprüfung von Kunststoffrohren größtenteils mithilfe von regenerativen Energien zu betreiben [10].

Ausblick

Auch wenn hier nur ein kleiner Ausschnitt aus dem weiten Feld der Prüftechnik und deren Weiterentwicklung dargestellt werden konnte, ist erkennbar, dass die Kunststoffprüfung in den letzten Jahren große Fortschritte gemacht hat. Verbesserungen in diesem Bereich laufen allerdings auch parallel zu der Entwicklung, dass Kunststoffteile in vielen Anwendungsbereichen größer und komplexer werden, oftmals auch funktionelle Aufgaben übernehmen sollen und gleichzeitig steigenden Anforderungen unterworfen sind. Für den Prüfspezialisten bedeutet dies auch weiterhin, auf möglichst effiziente, sprich intelligente Kombinationen von ausgewählten physikalisch-chemischen und mechanisch-technologischen Prüfmethoden zu setzen, um sich ein möglichst genaues Bild vom Eigenschaftsspektrum eines Materials oder Bauteils zu verschaffen – ganz im Sinne von „Prüfe alles, aber räume der Vernunft die erste Stelle ein“ (Pythagoras von Samos, 570–500 v. Chr.). ■

Die Autoren

- Dr.-Ing. Marcus Heindl** ist stellv. Bereichsleiter des Prüflabors des SKZ, Würzburg; M.Heindl@skz.de
- Dipl.-Biol. Tomas Stintzing** ist Bereichsleiter Neue Geschäftsfelder des SKZ.
- Dr.-Ing. Kurt Engelsing** ist Gruppenleiter Bauteileigenschaften des SKZ.
- Dr. Stefan Kremling** ist Gruppenleiter Zerstörungsfreie Prüfung des SKZ.
- Dipl.-Ing. Christoph Kugler** ist Gruppenleiter Prozessmesstechnik des SKZ.
- Dipl.-Phys. Thomas Hochrein** ist Bereichsleiter Produkte & Prozesse des SKZ.
- Prof. Dr.-Ing. Martin Bastian** ist Institutsdirektor des SKZ.

Service

Literatur & Digitalversion

- Das Literaturverzeichnis und ein PDF des Artikels finden Sie unter www.kunststoffe.de/1078063

English Version

- Read the English version of the article in our magazine *Kunststoffe international* or at www.kunststoffe-international.com