

Gummi unter hoher Belastung – Heat Build-Up und Blow-Out Testing Der NETZSCH DMA 523: Die Möglichkeiten des Goodrich-Flexometers in Kombination mit simultaner dynamisch-mechanischer Analyse

Sascha Sebastian Riegler, Applikationslabor Selb/Ahlden

Einleitung

Als viskoelastische Werkstoffe spielen Elastomere in vielen Industriezweigen eine wichtige Rolle. Es ist bekannt, dass die viskose Komponente des mechanischen Verhaltens aufgrund verschiedener dissipativer Prozesse zu Energieverlusten in Form von Wärme führt. Bei typischen DMA-Messungen werden kleine Probengrößen, geringe dynamische Amplituden und niedrige Frequenzen verwendet. Dies führt zu einer vernachlässigbaren Wärmeabgabe pro Zyklus. In der Probe kommt es dadurch zu keinem relevanten Temperaturanstieg. Bestimmte Gummiprodukte wie Reifenlaufflächen, Panzerkettenbeläge und große Gummiwalzen sind während ihres Betriebs jedoch erheblichen Kräften ausgesetzt. Dies kann dazu führen, dass mehr Wärmeenergie erzeugt als an die Umgebung abgeleitet wird. Die Folge ist ein Wärmestau (HBU) im Gummi, der letztendlich zum Versagen des Produkts durch Blowout (BO) führen kann.

Der NETZSCH DMA 523 *Eplexor*® mit seinen zwei unabhängigen Antrieben ist eine optimale Lösung für die Durchführung von Messungen bei hohen Verformungen sowie hohen statischen und dynamischen Kräften. Diese High-Force-DMA ermöglicht Goodrich-Flexometer-Prüfungen nach ASTM D623 oder ISO 4666-3/ISO 4666-4, aber auch davon abweichende Messparameter, je nach Kundenwunsch.

Die Möglichkeiten der Flexometer-Prüfung mit den NETZSCH High-Force DMAs

Für HBU- und BO-Versuche ist ein Probenhalter mit thermisch isolierenden Platten erforderlich, die den oben genannten Normen entsprechen. Die Platten bestehen aus einem Laminatmaterial, das aus einem Duroplast auf Phenolbasis und Hartpapier zusammengesetzt ist. Sie sind so konstruiert, dass der Wärmeverlust von der Gummiprobe zum Probenhalter minimiert wird. Dadurch wird ein Worst-Case-Szenario unter konstanter, starker dynamischer mechanischer Belastung simuliert. In der Mitte des oberen Probenhalters befindet sich ein Thermoelement zur genauen Messung der Oberflächentemperatur

der Probe. Eine schematische Darstellung dieses Probenhalters ist in Abbildung 1a zu sehen.

Um Temperaturinformationen aus dem Probeninneren zu erhalten, bietet NETZSCH zwei Möglichkeiten:

- Ein horizontales Thermoelement, das manuell in der Nähe der Probenmitte platziert wird. Dieses Thermoelement kann zusätzlich zum Basis-Probenhalter des Flexometers verwendet werden. Es misst die Temperatur während der gesamten Dauer des HBU-Experiments. Es wird jedoch empfohlen, das horizontale Nadelthermoelement während des BO-Experiments nicht zu verwenden, da dies zu einer Beschädigung des Sensors führen kann. Ein Beispiel für diesen Aufbau ist in Abbildung 1b dargestellt.
- Ein separater Probenhalter mit Pertinax-Platten und einem zusätzlichen vertikalen Nadelthermoelement wird nach der HBU-Prüfung pneumatisch in die Probe eingeführt. Bei dieser Konfiguration ist das Thermoelement, das die Oberflächentemperatur misst, leicht außermittig angeordnet. Eine schematische Darstellung dieser Art von Probenhalter ist in Abbildung 1c zu sehen.



1 (a) Der Basis-Probenhalter für Flexometertests. (b) Der gleiche Basis-Probenhalter für Flexometertests mit einem zusätzlichen horizontalen Nadelthermoelement, eingebracht in eine Gummiprobe. (c) Der zweite Probenhalter für Flexometertests ist mit einem vertikalen Thermoelement für eine präzise Bestimmung der Temperatur im Probeninneren nach der Messung ausgestattet.

3. Durchführung von Heat Build-Up- und Blow-Out-Tests mit den NETZSCH High-Force DMAs

Bitte stellen Sie vor Messbeginn sicher, dass der NETZSCH DMA 523 *Eplexor*® mit dem entsprechenden Kraftsensor ordnungsgemäß ausgestattet ist. Zusätzlich sollte das Blattfedersystem an die höheren Verformungen angepasst werden. Aufgrund der großen Kräfte und Verformungen, die bei einer HBU- und BO-Prüfungen auftreten, wird die Verwendung mindestens eines Kraftsensors mit einer maximalen Nennkraft von 2500 N empfohlen. Bei dem Blattfedersystem müssen die beiden Stahlblattfedern durch Lösen der Überwurfmutter mit einem Spezialschlüssel gelöst werden. Diese Schritte können vom Anwender innerhalb weniger Minuten durchgeführt werden. Die HBU- und BO-Prüfung ist in den folgenden Normen definiert: ASTM D623, ISO 4666/3, ISO 4666/4 und JIS K 6265. Die Probendimensionen sollen Zylindern mit einem Durchmesser von 17,8 mm und 25 mm Höhe entsprechen.

2 Übersicht der Messparameter im Expertenmodus für eine konventionelle HBU-Prüfung mit dem NETZSCH DMA 523 *Eplexor*®.

Neben den Ergebnissen aus konventionellen Flexometerversuchen, wie der zeitlichen Temperaturentwicklung und dem Wärmestau, geben Flexometerversuche mit dem NETZSCH DMA 523 *Eplexor*® auch Aufschluss über die viskoelastischen Eigenschaften Speichermodul (E'), Verlustmodul (E'') und Verlustfaktor ($\tan \delta$).

Im Folgenden werden die typischen Parameter für HBU- und BO-Versuche zusammengefasst:

■ Heat Build-Up-Tests

Für HBU-Tests wird in den Normen ASTM D623 und ISO 4666-3/ISO 4666-4 eine dynamische Amplitude von 2,225 mm, 2,855 mm oder 3,175 mm empfohlen. In den meisten Fällen wird die Option mit 2,225 mm gewählt. Die statische Spannung beträgt 1 MPa. Die Messungen können bei Raumtemperatur oder bei 50 °C bzw. 100 °C durchgeführt werden. Die beiden letzteren Temperaturen werden von den Normen empfohlen.

Die Genauigkeit der Flexometer-Einrichtung wird, wie in der Norm beschrieben, mit Hilfe einer Styrol-Butadien-Kautschuk-(SBR)-Probe mit bekannter Zusammensetzung überprüft. Der Temperaturanstieg sollte $26,7 \text{ °C} \pm 1,1 \text{ °C}$ betragen, nachdem ein HBU-Test bei 30 Hz für 25 Minuten bei einer Umgebungstemperatur von 100 °C durchgeführt wurde.

■ Blow-Out-Tests

BO-Tests werden ähnlich wie HBU-Prüfungen durchgeführt. Der Hauptunterschied besteht darin, dass erhöhte Lasten auf den Probekörper aufgebracht werden. So wird anstelle einer statischen Spannung von 1 MPa eine statische Spannung von 2 MPa verwendet. Ebenso wird die dynamische Verformungsamplitude auf 3,125 mm erhöht. Die Frequenz bleibt gegenüber den HBU-Versuchen unverändert.

Bitte beachten Sie, dass je nach Steifigkeit des Gummimaterials eine Abweichung von den in der Norm vorgeschlagenen Messparameter erforderlich sein kann. Der NETZSCH DMA 523 *Eplexor*® bietet volle Flexibilität für DMA-Prüfgeräte.

Da die Statik spannungsgesteuert ist, ist eine zuverlässige Messung des Durchmessers der Gummiprobe mit einem Messschieber erforderlich. Die Messparameter werden in die vorkonfigurierten Vorlagen-Datei eingegeben. Bei einer HBU-Prüfung muss der Benutzer nur die wichtigsten Einstellungen, wie den Probendurchmesser, anpassen.

APPLICATIONNOTE Gummi unter hoher Belastung – Heat Build-Up- und Blow-Out-Tests

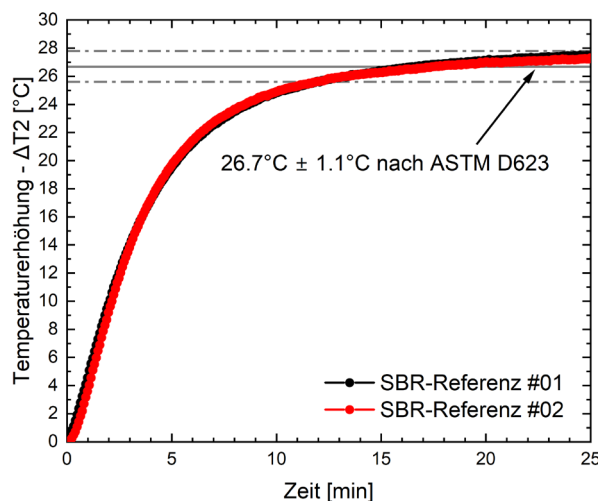
Der NETZSCH DMA 523: Die Möglichkeiten des Goodrich-Flexometers in Kombination mit simultaner thermischer Analyse

Heat Build-Up- und Blow-Out-Testing

Anhand von Gummiprüben werden die typische Vorgehensweise und die Bandbreite der Flexometer-Prüfmöglichkeiten mit dem NETZSCH DMA 523 Eplexor® veranschaulicht.

a. Überprüfung der Temperaturmessgenauigkeit mit SBR Referenzproben

Die Genauigkeit des Flexometer-Probenhalters wird, wie bereits erwähnt, mit einer SBR-Referenzprobe bestätigt. In Abbildung 3 ist der Temperaturanstieg für zwei verschiedene SBR-Referenzproben dargestellt. Beide Proben weisen ein hohes Maß an Reproduzierbarkeit auf und liegen innerhalb der in der Norm ASTM D623 festgelegten Temperaturtoleranz.



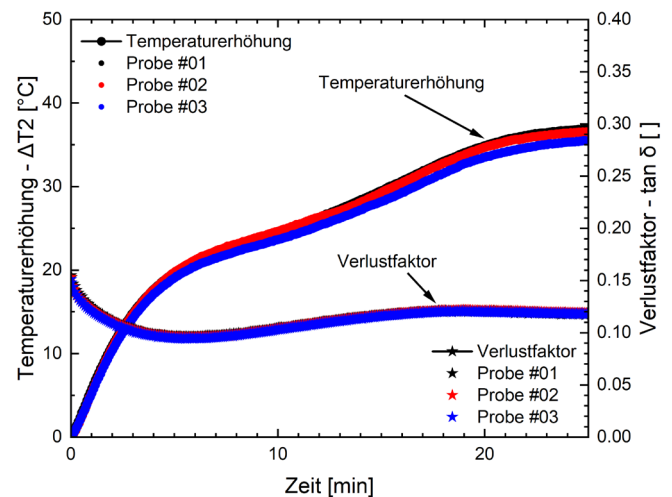
3 Temperaturanstieg in Abhängigkeit von der Zeit während des HBU-Versuchs. Die beiden unterschiedlichen SBR-Referenzproben sind in Schwarz bzw. Rot dargestellt.

b. Heat Build-Up- und Blow-Out-Tests an einer Weichgummiprobe

Nach der Überprüfung der Genauigkeit der Temperaturmessung mit dem Flexometer-Probenhalter, wurden die Gummiprüben zunächst mit den für die HBU-Prüfung festgelegten Messparametern untersucht. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4 dargestellt.

Die Temperatur steigt nach 25 Minuten um etwa 36°C an. Darüber hinaus sind bei allen drei untersuchten Proben in den Temperaturkurven zwei unterschiedliche Bereiche erkennbar. Der erste Bereich erstreckt sich bis ca. 10 Minuten. Nach diesem Bereich erhöht sich die Temperatur erneut, bis sie sich schließlich gegen Ende des HBU-Experiments auf einem Plateauwert einpendelt.

Interessanterweise treten der Temperaturanstieg und der Anstieg von $\tan \delta$ nahezu gleichzeitig auf. Es ist wichtig zu betonen, dass der Verlustfaktor eher die temperaturbedingten Änderungen der Dämpfung des gesamten Probenvolumens widerspiegelt. Der Temperaturanstieg wird dagegen nur an der Oberseite der Gummiprüben gemessen.



4 Temperaturanstieg und Verlustfaktor in Abhängigkeit von der Zeit während des HBU-Versuchs (statische Spannung von 1 MPa, dynamische Verformungsamplitude von 2,225 mm) der untersuchten Gummiprobe. Die drei verschiedenen Proben sind gemäß der Legende farblich gekennzeichnet. Der Temperaturanstieg ΔT_2 ist dargestellt durch Kreise und der Verlustfaktor $\tan \delta$ durch Sternsymbole.

APPLICATIONNOTE Gummi unter hoher Belastung – Heat Build-Up- und Blow-Out-Tests

Der NETZSCH DMA 523: Die Möglichkeiten des Goodrich-Flexometers in Kombination mit simultaner thermischer Analyse

Tan δ sinkt zunächst von seinem Anfangswert von ca. 0,15 aufgrund des Temperaturanstiegs innerhalb der Probe. Eine Abnahme des Verlustfaktors deutet auf ein höheres Maß an elastischer Probenantwort auf die gesamte, auf die Probe ausgeübte mechanische Arbeit hin. Nach Erreichen eines Minimums von ungefähr 0,10 nach 5 bis 6 Minuten steigt tan δ allmählich wieder an und erreicht nach einer Messzeit von 18 bis 19 Minuten ein neues lokales Maximum von 0,12. Ausgehend von der nach der Messung durchgeführten Inspektion des in Abbildung 5 dargestellten Probenquerschnitts wird angenommen, dass der Anstieg des Verlustfaktors auf die Bildung von Hohlräumen im Zentrum der Probe zurückzuführen ist. Diese Beeinträchtigung der Probe ermöglicht eine stärkere Durchbiegung, was zu einer scheinbaren Erhöhung des Verlustfaktors führt. Dieser Effekt ist jedoch nicht materialimmanent.

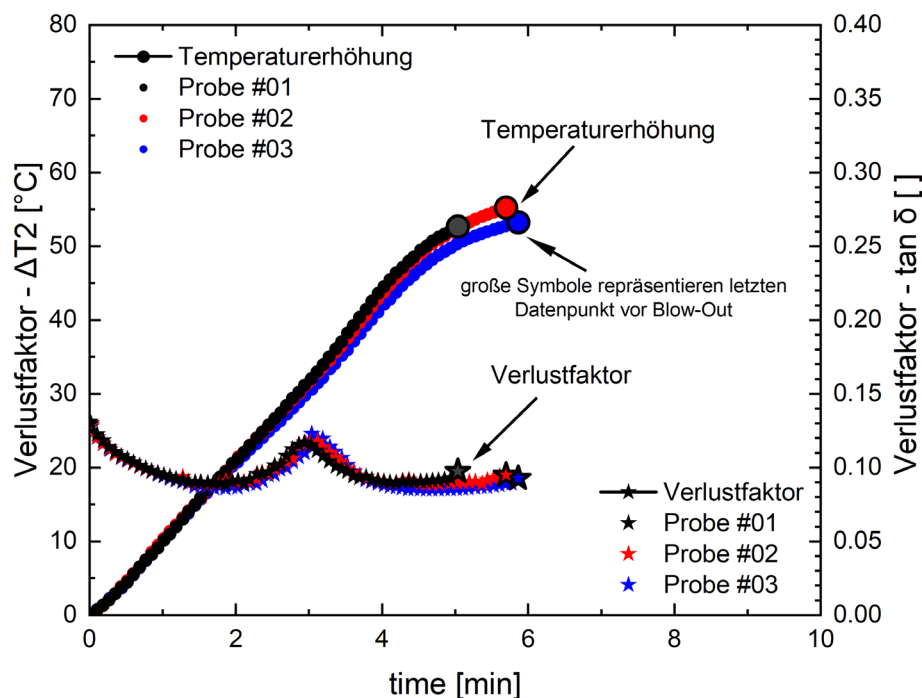
Eine erhöhte dynamisch-mechanische Belastung führt zu einem schnelleren Temperaturanstieg. Die Ergebnisse dieser HBU-Tests sind in Abbildung 6 dargestellt. In dieser Abbildung steigt die Temperatur mit der Zeit fast linear an. Gegen Ende der BO-Tests verlangsamt sich der Temperaturanstieg jedoch, was schließlich zum Bruch der Gummiprobe durch plötzliches Aufplatzen führt. Die höchste aufgezeichnete Oberflächentemperatur vor dem Bruch beträgt 54 °C.



5 Nach den HBU-Experimenten wiesen die Gummiprobe eine deutliche thermische Verfestigung auf. Außerdem waren Hohlräume in der Mitte der Proben deutlich erkennbar.

Die zeitliche Entwicklung von tan δ zeigt ähnliche Merkmale wie bei den HBU-Versuchen. In diesem Fall erfolgt der Anstieg des Verlustfaktors auf kürzeren Zeitskalen, da die höhere mechanische Arbeit, die auf die Proben ausgeübt wird, zu einer früheren Bildung der Hohlräume führt.

Zusätzliche Informationen können durch Verwendung des vertikalen Nadel-Thermoelements gewonnen werden. Wird es für eine Messung mit diesem Flexometer-Probenhalter aktiviert (siehe Abbildung 1c), erfasst es einen einzelnen Temperaturpunkt nach der HBU-Messung.



6 Temperaturanstieg und Verlustfaktor in Abhängigkeit von der Zeit während des BO-Experiments (statische Belastung von 2 MPa, dynamische Deformationsamplitude von 3,125 mm) der untersuchten Weichgummiprobe. Die drei verschiedenen Proben sind gemäß der Legende farblich gekennzeichnet. Dargestellt sind der Temperaturanstieg ΔT_2 (Kreise) und der Verlustfaktor tan δ (Sternsymbole).

Das vertikale Nadelthermoelement wird automatisch in die Mitte der Probe eingeführt, um die Temperatur nach Ende der HBU-Messung zu messen. Im Fall der hier untersuchten Elastomere stieg die Temperatur im Durchschnitt um ca. 57 °C, während sie an den Probenoberflächen Proben bei etwa 36 °C lag.

APPLICATIONNOTE Gummi unter hoher Belastung – Heat Build-Up- und Blow-Out-Tests

Der NETZSCH DMA 523: Die Möglichkeiten des Goodrich-Flexometers in Kombination mit simultaner thermischer Analyse

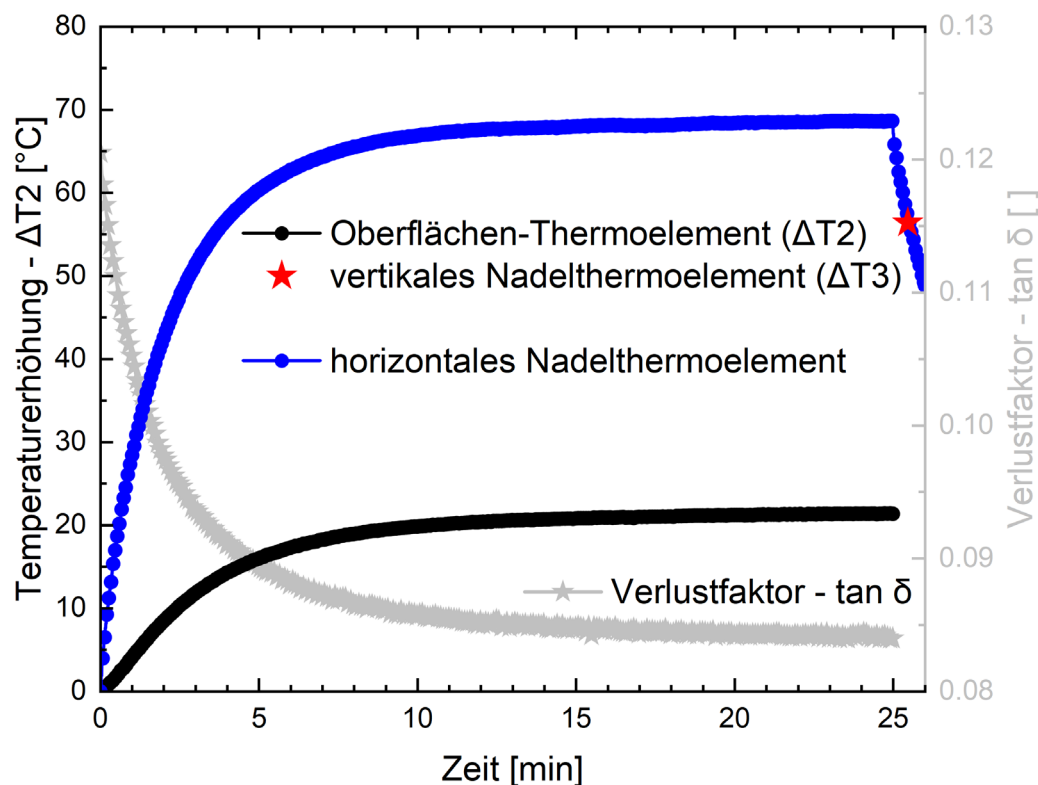
c. Heat Build-Up-Test an einer Hartgummiprobe

Reicht dieser einzelne Messpunkt nicht aus, kann auch ein horizontales Nadelthermoelement manuell in die Probenmitte eingeführt werden, wie in Abbildung 1b dargestellt. Diese Konfiguration ermöglicht die Beobachtung der Temperatur während der gesamten HBU-Messung. Die Ergebnisse der Messanordnung mit horizontalem Nadelthermoelement sind in Abbildung 7 dargestellt.

Deutlich zu erkennen ist, dass die Temperatur in der Probenmitte (~68 °C) deutlich höher ist als an der Probenoberfläche (~20 °C). Um die genaue Temperatur zu ermitteln, bei der das Material aufplatzt, sollte daher ein horizontales Nadelthermoelement eingesetzt werden.

Seine Verwendung hat jedoch einen gewissen Nachteil, auf den in der Schlussfolgerung eingegangen wird. Außerdem ist zu erkennen, dass der Anstieg von $\tan \delta$ (obwohl invertiert) der Steigung des Temperaturanstiegs in der Probenmitte ähnelt. Dies unterstreicht, dass die Oberflächentemperatur nicht ausreicht, um die Änderungen der viskoelastischen Eigenschaften des gesamten Probenvolumens zu beschreiben, was $\tan \delta$ jedoch zu leisten vermag.

Die Temperatur des vertikalen Nadelthermoelements, das nach Abschluss der HBU-Messung eingeführt wird, stimmt gut mit der ermittelten Temperatur in der Probe überein. Zu berücksichtigen ist jedoch, dass eine gewisse Verzögerung auftritt, während der die Probentemperatur in der Mitte um mehr als 10 °C abnimmt.



7 Temperaturanstieg und Verlustfaktor $\tan \delta$ in Abhängigkeit von der Zeit während des BO- Experiments der untersuchten Hartgummiprobe. Der zeitliche Verlauf der Oberflächentemperatur und der Temperatur in der Probenmitte ist durch Kreise bzw. Sterne dargestellt

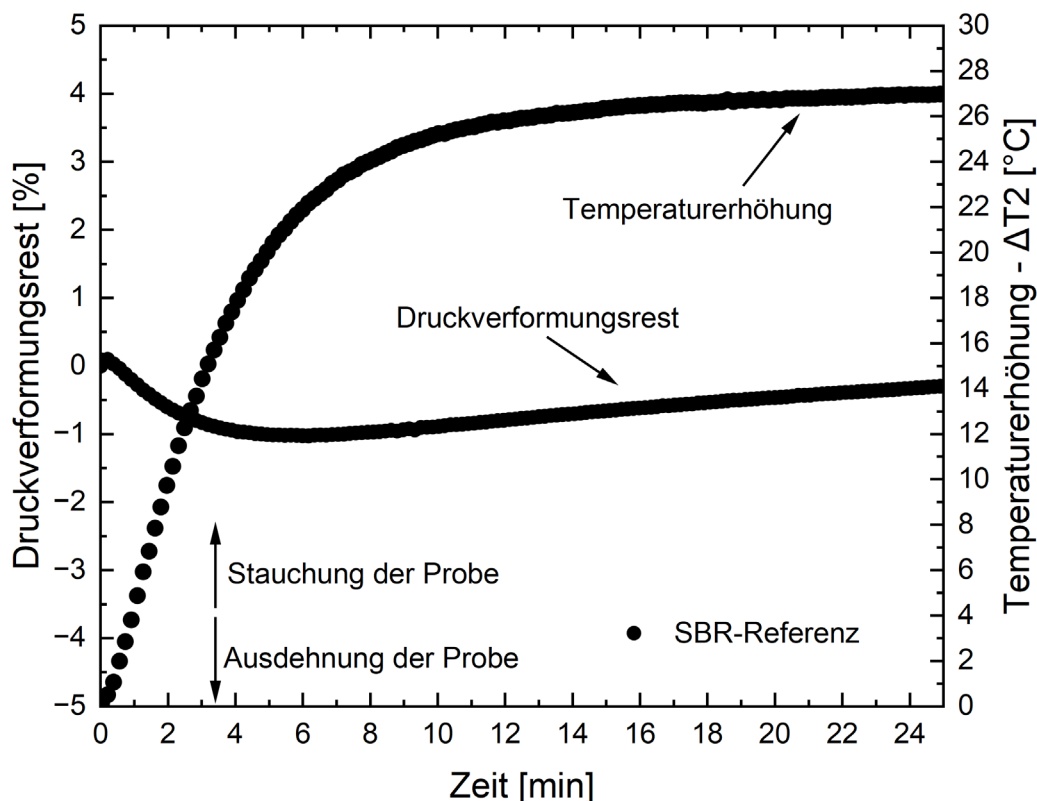
APPLICATIONNOTE Gummi unter hoher Belastung – Heat Build-Up- und Blow-Out-Tests

Der NETZSCH DMA 523: Die Möglichkeiten des Goodrich-Flexometers in Kombination mit simultaner thermischer Analyse

Relevanz des Druckverformungsrests der Probe bei Heat Build-Up- Experimenten

Mit der NETZSCH DMA 523 ist auch die gleichzeitige Messung des Druckverformungsrestes der Probe (der bleibenden Probendeformation) während des gesamten HBU-Versuchs möglich. Dadurch lassen sich Rückschlüsse auf die Formstabilität von Gummimaterialien bei starker dynamischer Belastung ziehen. So sollten beispielsweise Panzerkettenbeläge möglichst in ihrer ursprünglichen Form bleiben, um ihre Funktionalität zu gewährleisten. Der Druckverformungsrest der Probe infolge Wärme- einwirkung wird relativ zur Probenlänge gemessen, die für den ersten Messpunkt zu Beginn des dynamischen Abschnitts des HBU-Versuchs, d. h. nach dem Ende der Haltezeit, ermittelt wurde.

In Abbildung 8 sind die bleibende Probendeformation und der Temperaturanstieg von einer SBR-Referenz- probe dargestellt. In den ersten fünf Minuten dominiert die Probenausdehnung, da die Probentemperatur über das gesamte Probenvolumen in diesem Zeitabschnitt am schnellsten ansteigt. Erst wenn sich der Temperatur- anstieg verlangsamt, beginnt sich die Probenlänge zu verkürzen. Nachdem sich die Probe bis zur 5-Minuten- Marke um etwa 1 % ausgedehnt hat, wird diese Ausdehnung durch die Abnahme der Probenlänge kompensiert. Letztere wird durch die starke dynamische Belastung der SBR-Probe verursacht.



8 Änderung der Probenlänge und entsprechender Anstieg der Oberflächentemperatur ΔT_2 in Abhängigkeit von der Zeit.

APPLICATIONNOTE Gummi unter hoher Belastung – Heat Build-Up- und Blow-Out-Tests

Der NETZSCH DMA 523: Die Möglichkeiten des Goodrich-Flexometers in Kombination mit simultaner thermischer Analyse

Fazit

Der NETZSCH DMA 523 *Eplexor*® bietet einen einfachen Zugang zur Flexometerprüfung von Gummi-materialien und vielem mehr. Er erfasst Daten zur Temperaturentwicklung von Elastomerproben sowie zu deren viskoelastischen Eigenschaften und liefert damit alle notwendigen Informationen, um langlebigere Gummi-produkte zu entwickeln, die auch hohen Belastungen im Betrieb standhalten. Zudem kann die Formstabilität von Gummiprüben anhand der während des HBU-Versuchs festgestellten thermischen Verformung gemessen werden.

Die Auswahl des Geräts bringt jedoch bestimmte Vor- und Nachteile in Bezug auf seine Anwendung mit sich:

- Der Basisprobenhalter des Flexometers ist so konzipiert, dass er die Oberflächentemperatur während der gesamten HBU- und BO-Versuche erfasst. Dies kann für Elastormischungen mit ausgeprägten thermischen Degradationseigenschaften ausreichend sein, jedoch zeigen möglicherweise bestimmte unterschiedliche Mischungen keinen Unterschied in ihrem Anstieg der Oberflächentemperatur während der Messung.
- NETZSCH bietet zwei Lösungen, um mehr Informationen aus dem Inneren der Elastormischungen zu erhalten: Einerseits den Flexometer-Probenhalter mit vertikalem Nadel-Thermoelement und andererseits das horizontale Nadel-Thermoelement, das als Zusatz zum Basis-Probenhalter des Flexometers verwendet werden kann.
 - Die erste Option dient dazu, nach Abschluss der HBU-Messung lediglich einen einzigen Temperaturmesspunkt zu erfassen. Im Gegensatz zum manuell eingeführten horizontalen Nadelthermoelement erfolgt dieser Vorgang automatisch. Dadurch wird der Bedienungsaufwand zwischen den Messungen reduziert und somit die Effizienz und Konsistenz erhöht.
 - Ein horizontales Nadelthermoelement ermöglicht die Temperaturmessung in der Probenmitte während der gesamten Messdauer. Dieses Zusatzgerät muss jedoch vor dem Experiment manuell eingesetzt werden. Das Einsetzen des Thermoelements kann die Probenstruktur schwächen, da dabei ein Riss in das Material eingebracht wird. Dies kann die Genauigkeit der gemessenen viskoelastischen Eigenschaften beeinträchtigen. Darüber hinaus kann es die Bildung von Hohlräumen in der Mitte der Probe beeinflussen, da das entstehende Gasgemisch entlang des Nadelthermoelements leicht an die Oberfläche diffundieren kann. Das grundlegende Ziel von HBU- oder BO-Messungen ist jedoch die Untersuchung einer strukturell makellosen Probe. Daher sollte dieses Zusatzmodul ausschließlich als Hilfsmittel für Simulationen der Wärmeentwicklung verwendet werden und nicht als Ersatz für herkömmliche HBU- und BO-Experimente mit unberührten Proben. Zu beachten ist, dass die Reibung zwischen Thermoelement und Probe sowie die Rolle des Thermoelements bei der Wärmeableitung vom Probenkern nach außen Einflussfaktoren bei Verwendung dieser Zusatzfunktion sind.