

FACHWISSEN ELASTOMERPRÜFWESEN

Ein Angebot des

O RING
PRÜFLABOR
RICHTER

PRÜFEN BERATEN ENTWICKELN

Quelle: www.o-ring-prueflabor.de
Stand der Information: 11/2021

Artikelserie Teil 6/6

Welche neuen innovativen Prüfverfahren helfen mir weiter? – Trends und Entwicklungen

Autoren:
Dipl.-Ing. (FH) Ulrich Blobner,
Dipl.-Ing. Bernhard Richter

„When a product fails unexpectedly, experience has shown that in almost every case the problem can be traced back to lack of, or inadequate, testing, which in turn resulted from an attempt to save money.“¹
Roger BROWN

Die Prüfung von Gummiwerkstoffen und -erzeugnissen ist ein sehr weites und komplexes Feld. Die folgende Serie soll etwas Licht ins Dunkel bringen und viele Aspekte und Zusammenhänge verständlich und nachvollziehbar erklären.

Trends und Entwicklungen in der Elastomerprüftechnik

Laut der indischen Marktforschungsgesellschaft Mordor Intelligence wird der weltweite Markt für Elastomerprüftechnik für 2020 auf 12,4 Milliarden US\$ geschätzt, für 2026 wird eine Steigerung auf 16,09 Milliarden US\$ prognostiziert.²

¹ BROWN, Roger: Physical Testing of Rubber, Springer, New York, 4. Aufl., 2006, S.7

Dt. Übersetzung des Zitates: „Wenn ein Produkt unerwartet versagt, kann das Problem erfahrungsgemäß in fast allen Fällen auf fehlende oder unzureichende Prüfungen zurückgeführt werden, die wiederum aus dem Versuch resultieren, Geld zu sparen.“

² Mordor Intelligence: Rubber Testing Equipment Market – Growth, Trends, COVID-19 Impact, Forecasts (2021-2026), Webseite zuletzt aufgerufen am 13.05.2021: <https://www.mordorintelligence.com/industry-reports/rubber-testing-equipment-market>

Diese hohen Werte mögen auf den ersten Blick überraschen, erklären sich aber dadurch, dass die Reifenindustrie großen Prüfbedarf besitzt und stetig wächst, hinzu kommen immer mehr Einsätze von Elastomeren in der Baubranche (z.B. Dachfolien aus Elastomeren). Als bedeutendste Prüffirmen nennt dieser Bericht v.a. Hersteller von Analytikgeräten und rheologischen Prüfungen (Alpha Technologies, TA Instruments, U-Can Dynatex Inc., Montech Rubber Testing Instruments und Goettfert Inc.).

Viele der in dieser Artikelserie vorgestellten Prüfverfahren verwenden Apparaturen von kleineren Herstellern, unter welchen es einen lebendigen Wettbewerb gibt. Außerdem befasst sich diese Artikelserie mit der Prüfung einer großen Bandbreite an Werkstoffen, während die Reifen- und Bauindustrie zwar sehr große Mengen, aber nur wenige verschiedene Polymertypen einsetzt.

1. Reflexionen über Trends der letzten Jahrzehnte in der Elastomerprüftechnik³

Einer der profiliertesten Elastomerprüfer Roger BROWN hat in seinem Lebensrückblick „50 Years of Polymer Testing“ ein kompaktes Resümee über Trends in der Prüftechnik gezogen:

Ein wichtiger Treiber für die Entwicklung neuer Prüfmethoden war die Qualitätskontrolle. Außerdem kamen immer mehr Prüfverfahren in den Blick, welche Materialdaten für die numerische Simulation ermitteln können. Großes Interesse bestand auch an zerstörungsfreien Prüfungen (NDT Non-destructive testing). Diese Verfahren konnten sich aber bis auf wenige Ausnahmen nicht durchsetzen, was wohl auch mit den hohen Anschaffungskosten zu tun haben könnte. Es wird aber immer Prüfaufgaben geben, welche nur zerstörend durchgeführt werden können, wie z.B. die Alterung. In solchen Fällen sind aber Prüfungen interessant, welche für Mehrpunktprüfungen mit einem Probekörper auskommen. BROWN bezeichnet dies als „zerstörungsfreie Überwachung eines zerstörenden Prozesses“⁴.

Komplexe Prüfungen sind zwar oft teurer, aber aussagekräftiger. Deswegen muss immer sorgfältig zwischen dem Aussagewert und den Prüfkosten abgewogen werden. Die Automatisierung der Elastomerprüfung – wie sie noch in den 1970er und 1980er Jahren vorhergesagt wurde – kam nicht in diesem Ausmaß. Durch den modernen Aufbau und das Design von Prüfgeräten – im Vergleich zu ihren handwerklich anmutenden Vorgängern – wird oft eine Perfektion vorgetäuscht, die es so nicht gibt. Besonders mechanisch-physikalische Prüfverfahren haben ihre Schwachstellen und Ungenauigkeiten. Es geht also nicht um die perfekte Präsentation, sondern um einen Anwender, der um die Schwierigkeiten der jeweiligen Prüfmethoden weiß und dies in die Bewertung der Ergebnisse einfließen lassen kann. Die Bedienerfreundlichkeit moderner Prüfgeräte kann auch manchmal dazu verleiten zu wenig Achtsamkeit der Prüfdurchführung zu schenken. Neben der zerstörungsfreien Prüfung, der Automatisierung, wurde auch der dynamischen Prüfung von Elastomeren ein großes Wachstumspotential vorhergesagt, was sich aber so nicht erfüllt hat. Früher hatte dies vermutlich mit den hohen Kosten solcher Prüfsysteme zu tun, heute ist vermutlich dem typischen Anwender noch nicht das Potential dynamischer Prüfungen in vollem Umfang bewusst bzw. es fehlt in einigen Betrieben das nötige Fachwissen, um solche Prüfergebnisse für die Praxis sinnvoll zu deuten. Trotz immer größerer Fortschritte in der Simulation von Materialverhalten konnte Roger BROWN keinen Trend feststellen, dass auf Grund dessen Polymerprüfungen abnehmen. Vermutlich werden dadurch v.a. komplexere Anwendungen abgesichert und Entwicklungsschleifen reduziert. Physikalisch-mechanische Kennwerte haben nach wie vor eine sehr bedeutende

³ Die Informationen dieses Unterkapitels stammen größtenteils aus folgender Quelle: BROWN, Roger: 50 Years of Polymer Testing, iSmithers, 2009, S.130ff.

⁴ BROWN, Roger: 50 Years of Polymer Testing, iSmithers, 2009, S.131

Rolle bei der Vorstellung und Klassifizierung neuer Werkstoffe. Dies ist eigentlich verwunderlich, da bekannt ist, dass diese Einpunktmessungen relativ wenig zu den Einsatzmöglichkeiten eines Werkstoffes unter dynamischen Beanspruchungen in Kombination mit Temperatur und Vorspannungen aussagen und aussagekräftigere Prüfmethode zur Verfügung stehen würden. Eine Änderung dieser Praxis ist aber nicht abzusehen.

Besonders wegweisend war und ist der Einsatz moderner Analysegeräte in der Elastomerprüftechnik, wie z.B. DSC (Differential Scanning Calorimetry), die Thermogravimetrie (TGA), die Infrarotspektroskopie (FTIR), die Gaschromatographie (GC-MS) oder die Kernspinresonanz (NMR). Generell ist die klassische Nass-Chemie im Bereich der Elastomeranalytik immer mehr auf dem Rückzug. Für die Schadensanalyse ist das Digitalmikroskop revolutionär gewesen. Das REM-EDX ist ebenfalls hilfreich bei der Detektierung von Schadensablagerungen und der Darstellung von Oberflächenstrukturen, aber auch bei Forschungen zu Polymerstrukturen.

In manchen Fällen kann die Standardisierung in Normen die Weiterentwicklung von Prüfungen behindern. So könnte bspw. der in der ersten Hälfte des 20. Jahrhunderts eingeführte DeMattia Test durch servohydraulische Prüfgeräte ersetzt werden, mit welchen Spannungen und Kräfte in einem weiten Bereich individuell eingestellt werden können.

Roger BROWN beobachtete über die letzten Jahrzehnte einen stetigen Rückgang beim Bau von eigenen Prüfgeräten. Dies hat wohl zum einen mit der großen weltweiten Verfügbarkeit verschiedenster Prüfapparaturen zu tun, aber auch mit der Komplexität mancher Prüfgeräte, welche eine einfache mechanische Werkstätte nicht mehr selbst herstellen kann.

Im Laborwesen zeigt sich auch ein steigender Platzbedarf, was mehrere Ursachen hat. Die Zahl der verschiedenen Prüfgeräte nimmt zu. Moderne Prüfgeräte besitzen meist einen Bildschirm mit Tastatur, die Prüfung an größeren Fertigteilen (im Vergleich zu relativ kleinen Normprobekörpern) steigt. Moderne Qualitätssysteme fordern außerdem längere Aufbewahrungsfristen der Probekörper. Und schließlich entsorgt man ältere noch funktionsfähige Prüfgeräte ungern, auch wenn es dafür schon Ersatz gab.

Nach wie vor gibt es viele ähnliche Prüfmethode bzw. Probekörper, von denen sich einige nur auf Grund von Traditionen halten. So ist fraglich, warum so viele verschiedene Probekörper für den Weiterreißwiderstand oder warum es so viele Prüfmethode zum Kälteverhalten von Elastomeren gibt. Eine Vereinfachung oder Rationalisierung ist hier nicht in Sicht.

2. Beispiele innovativer Prüfgeräte für Elastomere

Die im Folgenden beschriebenen Geräte greifen exemplarisch Beispiele von neuen Methoden heraus, welche in unserem Laboralltag in den letzten Jahren bedeutende Verbesserungen sowohl in der Arbeitseffektivität als auch in der Aussagekraft brachten. Die Prüfapparaturen werden technisch nicht im Detail in ihrer Funktion erklärt, sondern nur aus dem Blickwinkel eines Anwenders beschrieben.

2.1 Bildgebende Verfahren

Eigentlich wird der Begriff „Bildgebende Verfahren“ hauptsächlich in der Medizintechnik verwendet, aber dieser Oberbegriff wird bei uns auch im Feld der Elastomerprüfung bzw. -analyse angewandt.⁵ „Bildgebende Verfahren erzeugen aus Messgrößen eines realen Objektes ein Abbild, wobei die Messgröße oder eine daraus abgeleitete Information orts aufgelöst und über

⁵ Vgl. BLOBNER, Ulrich: Bilddiagnostik in der Schadensanalyse: Die unterschiedlichen Ursachen hinter rissigen O-Ringen, Vortrag auf dem zweiten O-Ring Forum der ISGATEC GmbH, Mannheim, 17.-18.11.2020 (Onlineveranstaltung)

Helligkeitswerte oder Farben kodiert visualisiert wird.“⁶ In der klassischen Mikroskopie wird dieser Begriff kaum noch angewendet. Wir setzen jedoch keine klassischen Mikroskope, sondern moderne Digitalmikroskope ein, welche mehr Informationen bieten, wie z.B. eine Vermessung von Bauteilen, welche farblich kodiert werden kann. Ebenso fallen Mikroindentorprüfungen unter diese Kategorie, da sie anhand einer Messgröße (z.B. Veränderung des Härtewertes) ein Abbild bspw. eines Querschnittes einer untersuchten Dichtung geben können.

Digitalmikroskopie

Gegenüber der klassischen analogen Lichtmikroskopie bietet der Stand der Technik der Digitalmikroskopie neben den bekannten Vorteilen der digitalen Speicherung und Weiterverarbeitung eine Vielzahl an weiteren Möglichkeiten für die alltägliche Laborarbeit und Schadensanalyse⁷:

- 3D-Bilddarstellung
- Vergrößerungen bis 6000-fach
- Verschiedene optische Effekte, z.B. zur Reduktion von Reflexionen oder zur punktuellen Ausleuchtung bestimmter Bildbereiche
- Panoramabilddarstellung größerer Objektbereiche
- 3D-Vermessung
- Optischer Schatteneffekt Modus zur Darstellung geringster Unebenheiten bzw. Strukturen
- Rauheitsmessungen an Oberflächen
- Restschmutzanalysen

Diese ganzen Möglichkeiten ergeben sich bei einer intuitiven und einfachen Bedienung ohne aufwendige Probenaufbereitung. Damit kann sich der Einsatz eines Digitalmikroskops auf dem neuesten Stand der Technik schon in kurzer Zeit amortisieren und gleichzeitig die Qualität der Ergebnisse verbessern. Im O-Ring Prüflabor werden aktuell 3 Generationen von Digitalmikroskopen je nach Aufgabenstellung eingesetzt.

Mikroindentor LNP nanotouch®

Durch eine hochauflösende Kraft- und Wegmessung und der Verwendung von stark miniaturisierten Eindringkörpern ist es möglich, orts aufgelöste Härtewerte gemäß der verallgemeinerten Formel aus der IRHD-Norm ISO 48-2 an sehr kleinen Probekörpern zu ermitteln. So sind Messungen an kleinen O-Ring Schnurstärken von 0,4 mm ebenso möglich wie Messungen an Dichtkanten von Radialwellendichtringen oder an Profilschnitten von Dichtungen. Darüber hinaus bieten sich noch weitere Einsatzmöglichkeiten. So kann zum Beispiel über eine erzeugte Krafterampe und einer daraus resultierenden Eindringung und anschließender Rückstellung des Indentors über die dissipierte Energie eine Kenngröße für den Vernetzungsgrad einer Probe orts aufgelöst ermittelt werden.

⁶ Definition aus dem Artikel „Bildgebende Verfahren“ in der Wikipedia, Webseite zuletzt aufgerufen am 13.05.2021: https://de.wikipedia.org/wiki/Bildgebendes_Verfahren

⁷ Quelle der Informationen: Fa. KEYENCE: VHX7000Catalog-KD-C-DE

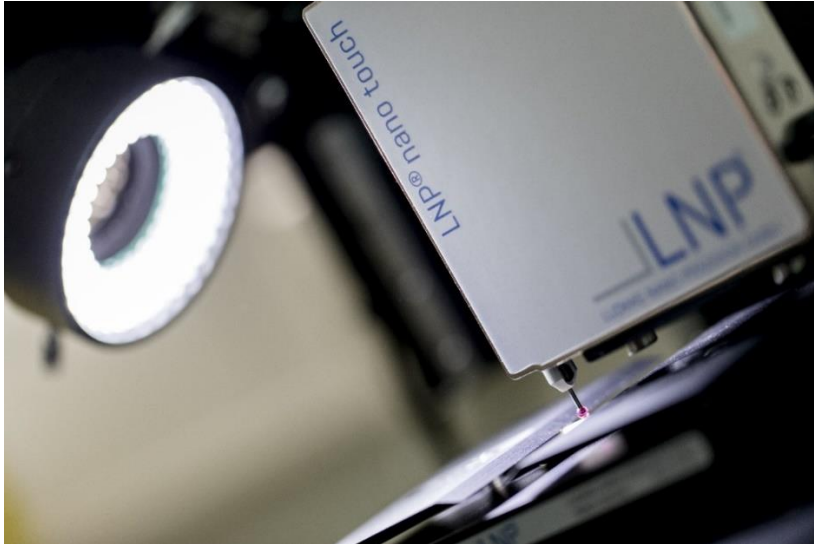


Abb. 1: Prüfung mit dem Mikroindenter (rosa Kugel, rechts unten im Bild) LNP® nano touch (Bild: Tobias Ehmer)

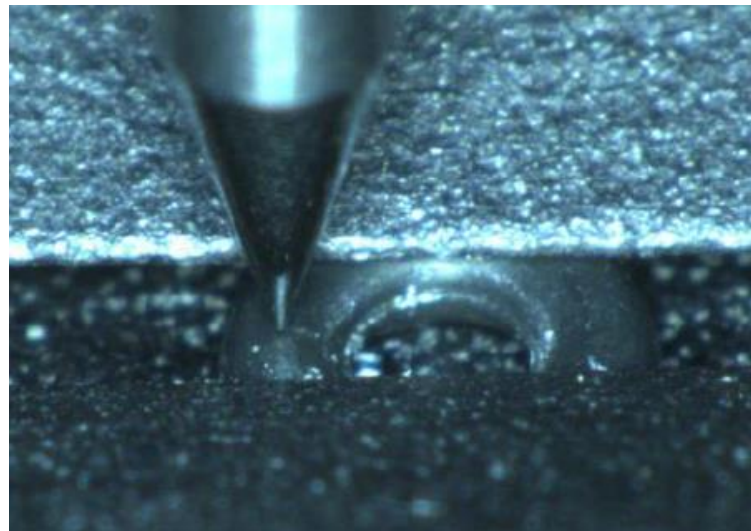


Abb. 2: Härtemessung eines O-Ringes mit einem Durchmesser von 0,5 mm mit Hilfe des LNP® nano touch (Bild: O-Ring Prüflabor Richter)

2.2 Weitere innovative Prüfverfahren

Gaschromatographie (GC-MS)

Bei dieser hochauflösenden Prüfung werden die niedermolekularen Bestandteile einer Probe durch thermische Einwirkung unterhalb der Zersetzungstemperatur des Polymers in die Gasphase überführt und durch eine Chromatographie-Säule aufgetrennt. Anschließend werden die Einzelbestandteile der Gasphase mittels Massenspektrometer untersucht und durch Datenbankabgleich der jeweiligen Massenspektren identifiziert. Auf diese Art lassen sich selbst minimale Mengen an Rezepturbestandteilen sowie Rückstände eines in die Elastomerprobe eindiffundierten Kontaktmediums nachweisen. Wird anschließend noch eine Pyrolyse durchgeführt, lassen sich die Zersetzungsprodukte des Polymers damit identifizieren und gegebenenfalls auch Unterschiede zu Referenzproben erkennen.

Dynamisch-mechanische Analyse (DMA)

Die dynamisch mechanische Analyse hat den Zweck, die Viskoelastizität von Elastomeren im gesamten Temperatureinsatzbereich abzubilden. Indem man Probekörper zyklisch in einem

vorgegebenen Frequenz- und Temperaturbereich verformt, lassen sich daraus Hinweise auf den temperaturabhängigen Verlauf des Speicher- und Verlustmoduls sowie der Phasenverschiebung δ zwischen Kraft und Weg ermitteln. Bei entsprechender Ergebnisdarstellung können damit FEA-Analysen durchgeführt werden, welche zum Beispiel aufzeigen können, ob die Dichtung den geforderten Spaltänderungen bei tiefen Temperaturen noch folgen kann.

Fazit

Neue innovative Prüfverfahren in Ergänzung zu bewährten Prüfverfahren, Digitalisierung von Prüfabläufen bzw. der Ergebnisübermittlung und Akkreditierung erhöhen den Nutzen und die Effektivität von Materialuntersuchungen für unterschiedliche Aufgabenstellungen. Diesbezüglich breit aufgestellte Dienstleister wie das O-Ring Prüflabor Richter können damit kompetente Partner sein zur Bewältigung der vielseitigen Aufgaben in einem Material- bzw. QS-Labor, wenn es um das Thema Elastomere oder thermoplastische Elastomere geht.