

Mechanische Eigenschaften von Polymeren auf mikroskopischer Skala

Von der Härtemessung bis zur quantitativen Rasterkraftmikroskopie



Auf einen Blick

- Umfangreiches Portfolio in den Bereichen Standortleistungen, Ver- und Entsorgungsleistungen und Services
- Umsatz 2017: ca. 1.540 Mio. Euro inkl. Tochtergesellschaften
- rund 5.300 Mitarbeiter inkl. Tochtergesellschaften
- Manager und Betreiber des CHEMPARK an drei Standorten



Currenta Analytik

Zahlen, Daten & Fakten

- Ca. 500 Mitarbeiterinnen & Mitarbeiter
- Standorte in:
 - Leverkusen
 - Dormagen
 - Krefeld-Uerdingen
- Über 10.000 m² Laborfläche
- Umfangreicher Pool von Analysegeräten
- 600 aktive Kunden in Deutschland, Europa und weltweit
- Ca. 1 Mio. Analytik-Aufträge pro Jahr
- DAKKS -Akkreditierung



Currenta Analytik

Kompetenzfelder

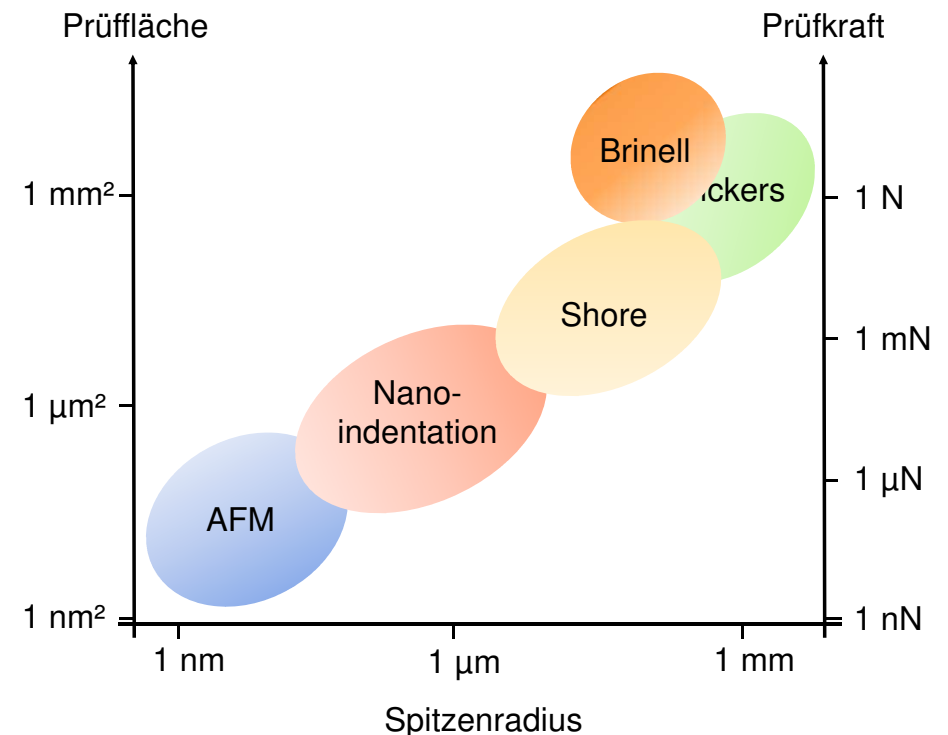
- Chromatographie
- Massenspektrometrie
- Chemische Kennzahlen
- Elementanalytik
- Spektroskopie
- Thermoanalytische Verfahren
- Strukturaufklärung
- **Oberflächen- und Festkörperanalytik**
- Polymeranalytik
- Brandtechnologie
- Pharmaanalytik (GMP und GLP)
- Ökotoxikologie



Werkstoffprüfung auf mikroskopischer Skala

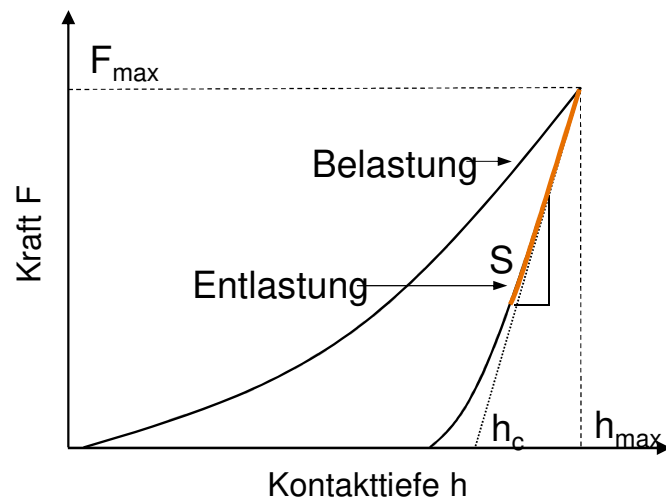
Nanoindentation und Rasterkraftmikroskopie

- Traditionelle Härteprüfverfahren
 - Shore-, Vickers- oder Brinellhärte
 - Seit langer Zeit fest etabliert
 - Liefern aufgrund der Prüfdimensionen nur flächendeckende Materialinformationen
- Materialeigenschaften
 - Basieren jedoch auf Wechselwirkungen, die auf mikroskopischer Ebene stattfinden
- Nanoindentation und Rasterkraftmikroskopie
 - Messverfahren mit sehr geringer Lastaufbringung
 - Erlauben die Bestimmung hochaufgelöster lokaler Materialeigenschaften



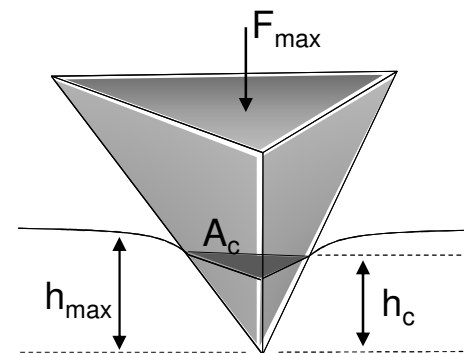
Nanoindentation - Härteprüfung

Quasi-Statische Nanoindentation (DIN EN ISO 14577)



$$\text{Kontaktsteifigkeit } S = \frac{dF}{dh_c}$$

$$\text{Kontaktfläche } A_c = f(h_c)$$

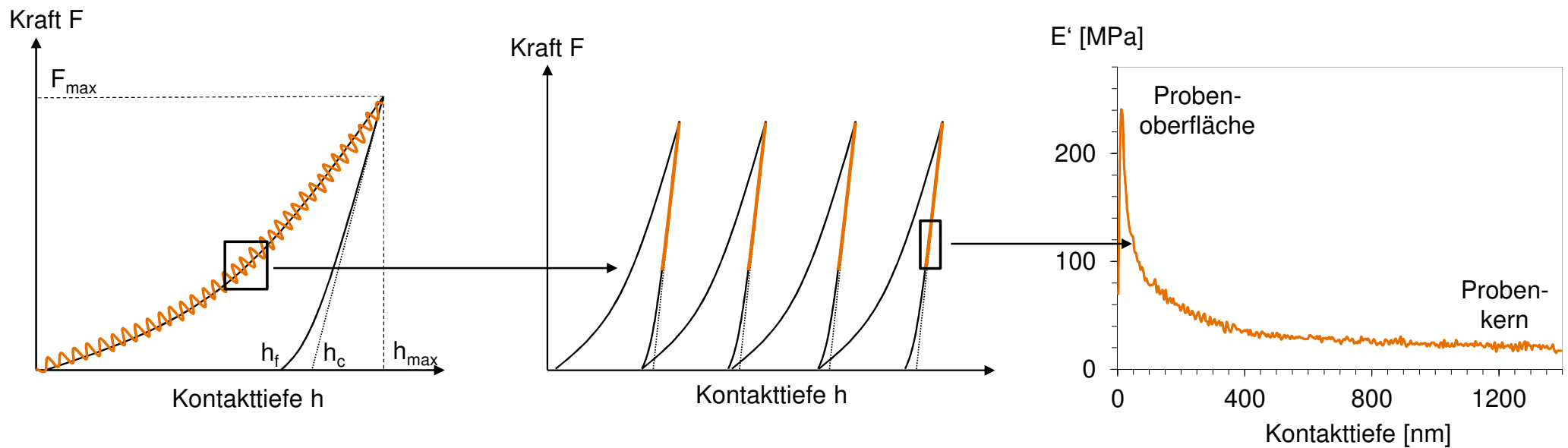


$$\text{Reduzierter Modul } E^* = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A_c}}$$

$$\text{Elastizitätsmodul } E' = E^* (1 - \nu^2)$$

Dynamische Nanoindentation

Nanoindentation im Tiefenprofil

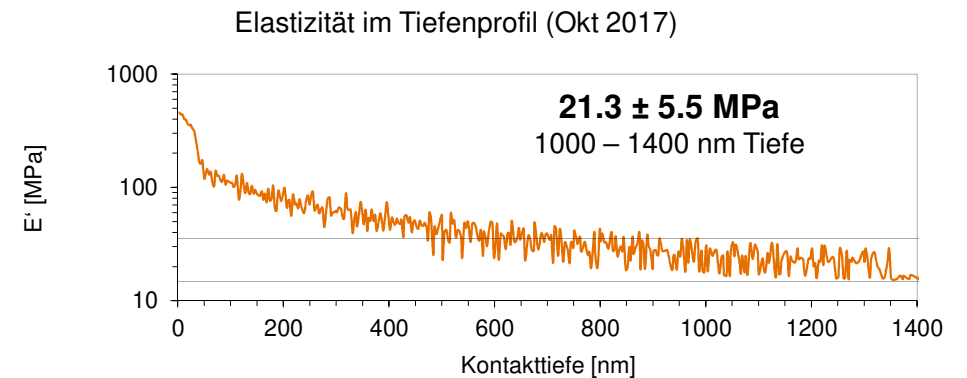
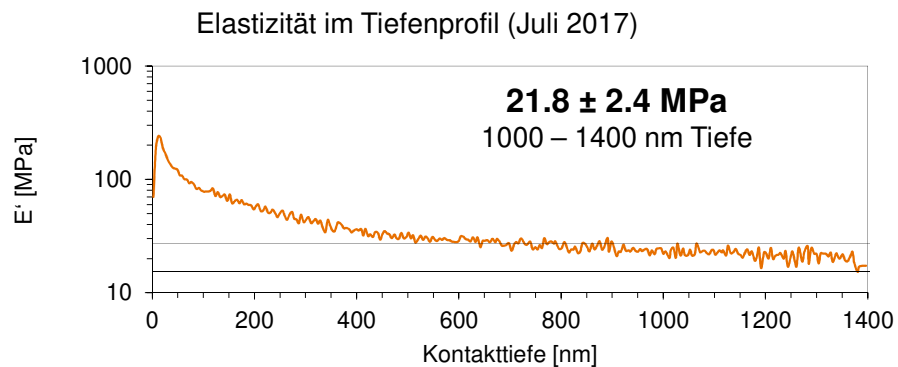
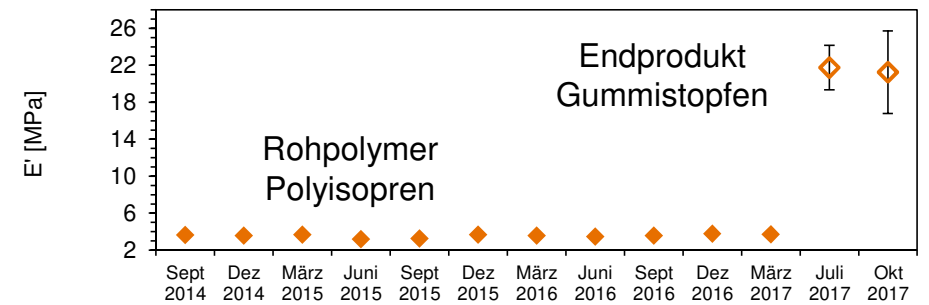
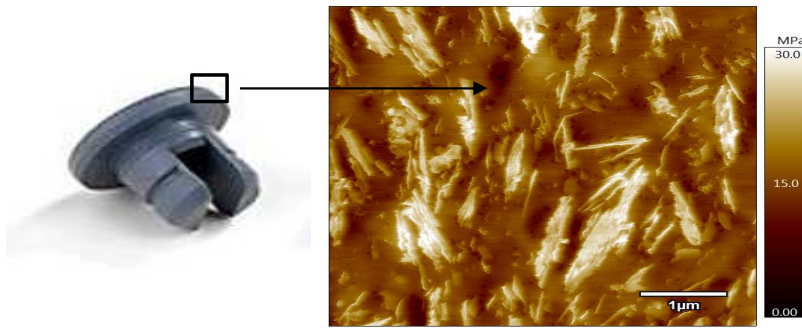


Dynamische
Nanoindentation

Bestimmung der mechanischen
Eigenschaften als Funktion der
Kontakttiefe

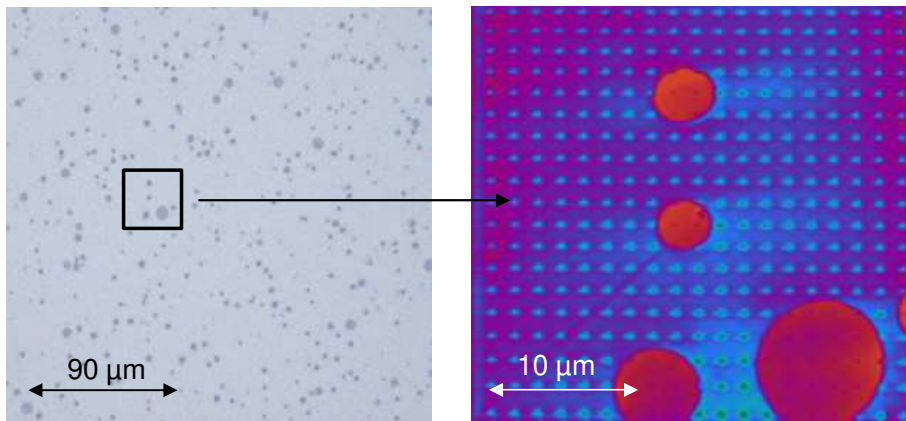
Elastizität im Tiefenprofil

Werkstoffprüfung von Gummistopfen

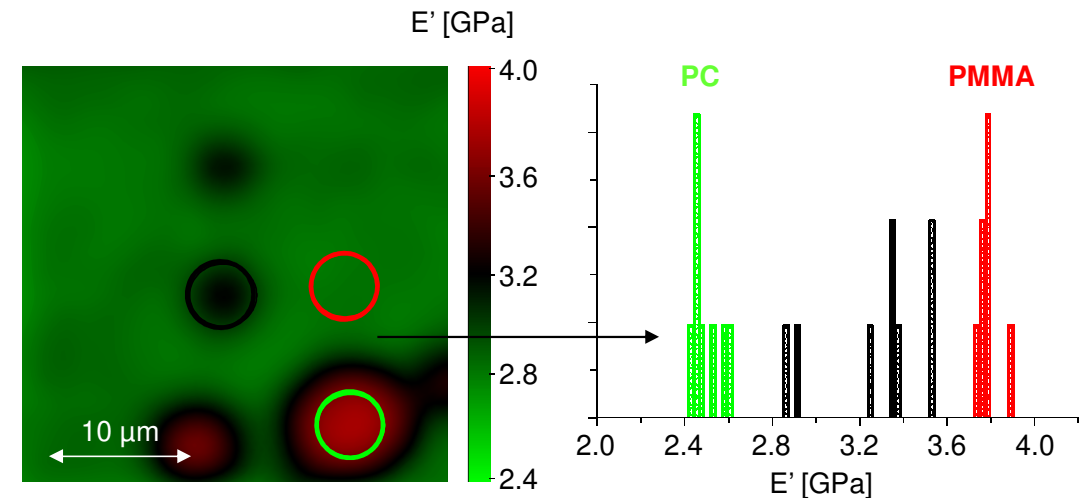


Mapping der mechanischen Eigenschaften

Abbildende Nanoindentation

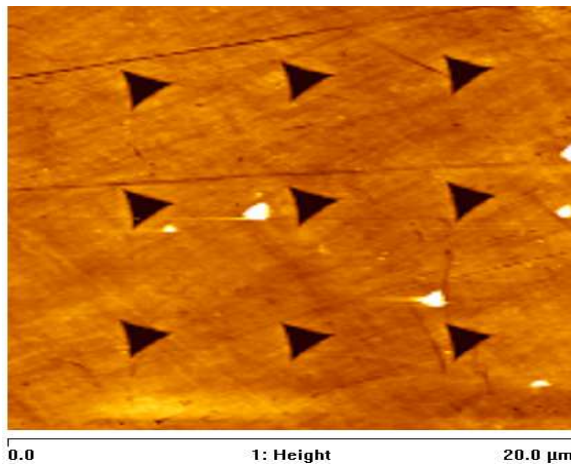


Umfangreiche mechanische Mappings und Eigenschaftsverteilungen auf einer Fläche von bis zu 80 μm^2

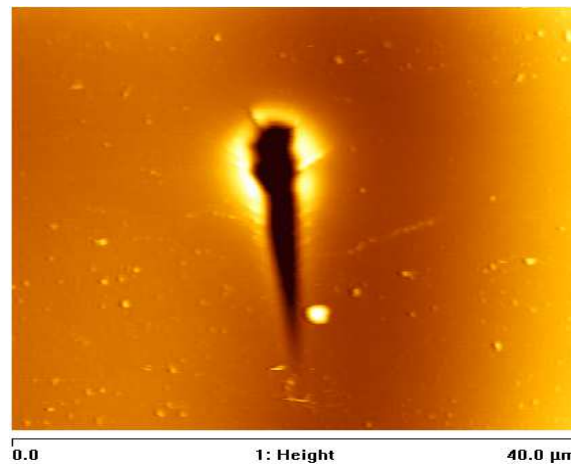


Bestimmung der Elastizität durch die Aufnahme von bis zu 6 Kraft-Weg-Kurven pro Sekunde

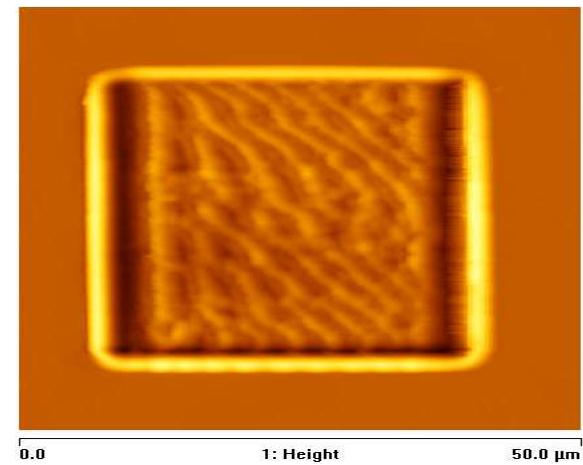
Belastungsarten der Indentation



Nanoindentation

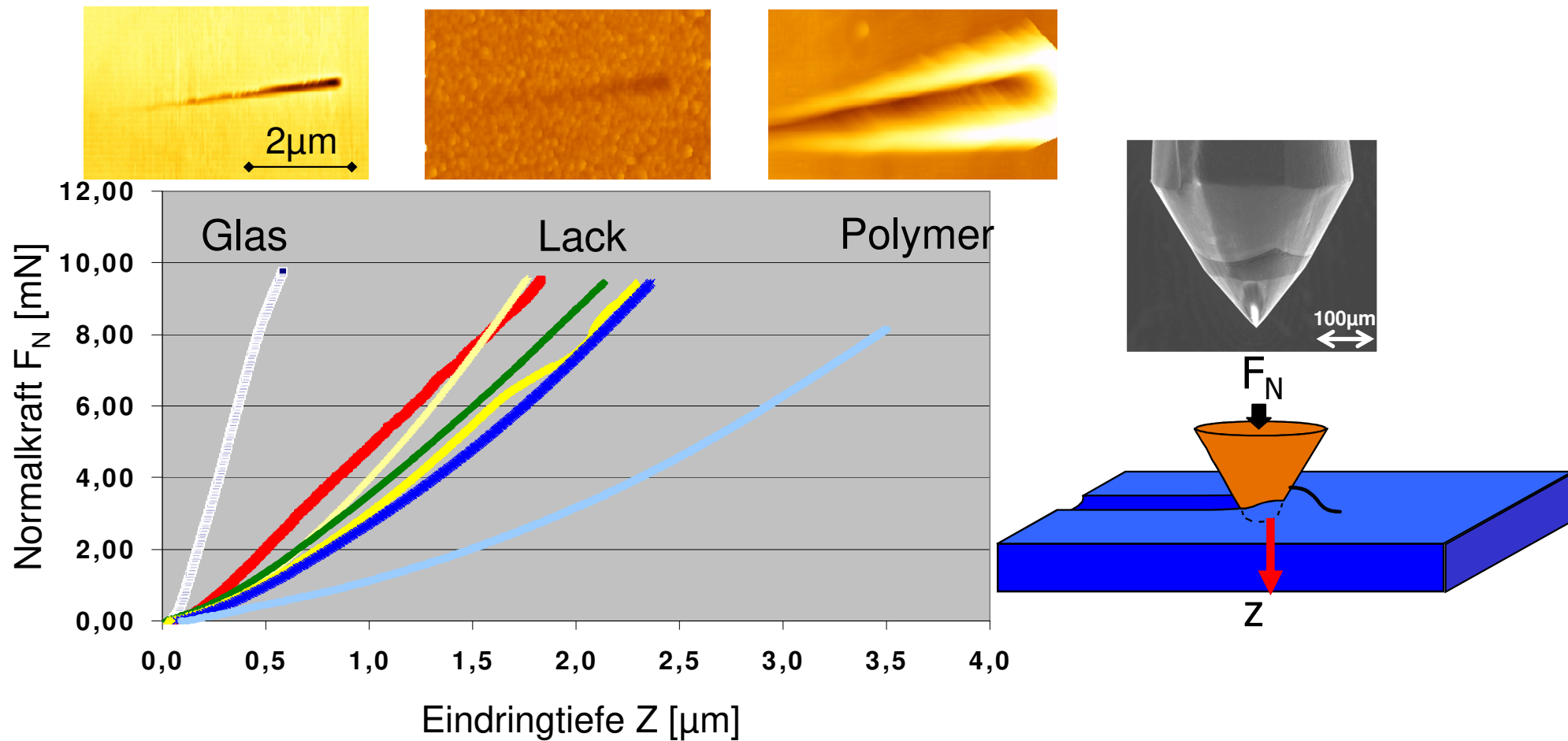


Scratch-Test

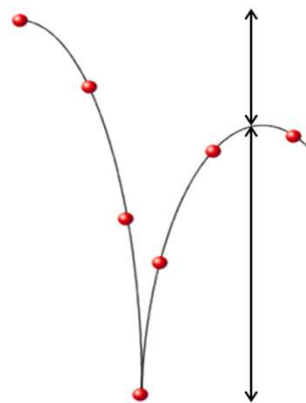
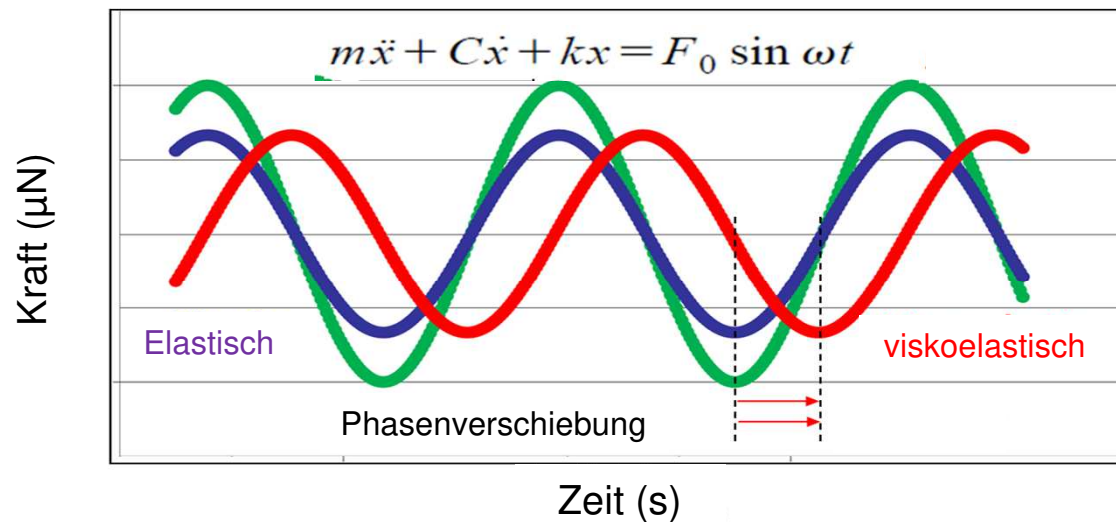


Wear-Test

Kraft-Tiefen-Kurven von Materialien



Nano-DMA: Frequenzabhängige mechanische Eigenschaften auf Mikroskopischer Skala



Energieverlust

$$E_r'' = \frac{\omega C_s \sqrt{\pi}}{2 \sqrt{A_c}}$$

Elastischer Anteil

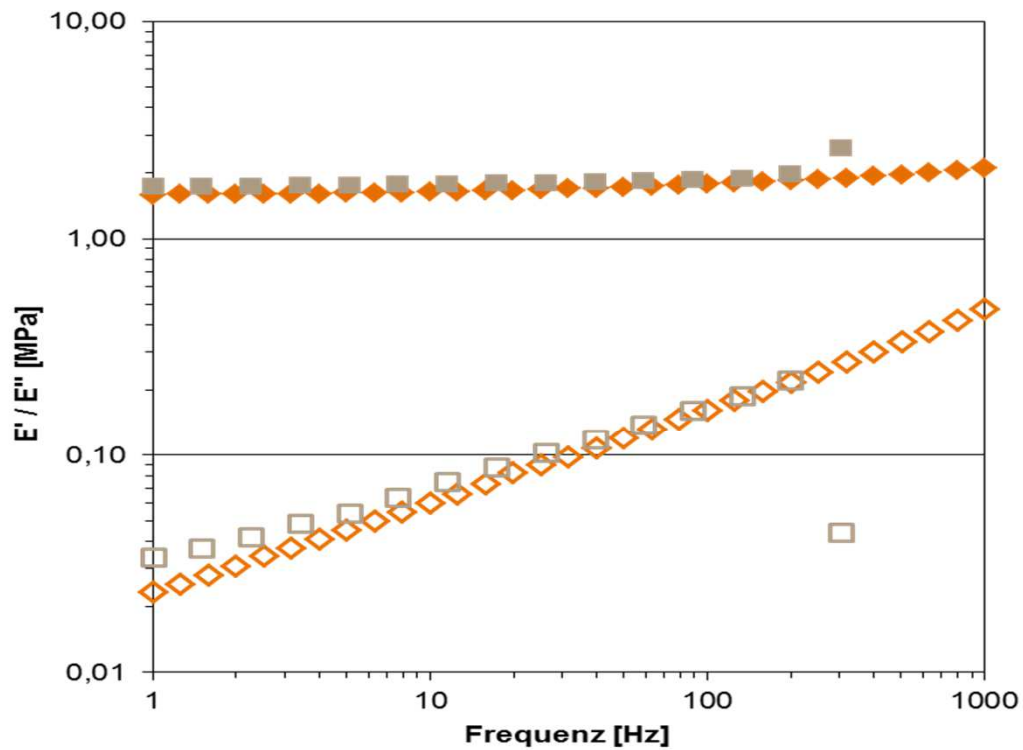
$$E_r' = \frac{k_s \sqrt{\pi}}{2 \sqrt{A_c}}$$

Dämpfung

$$\tan \delta = \frac{E_r''}{E_r'} = \frac{\omega C_s}{k_s}$$

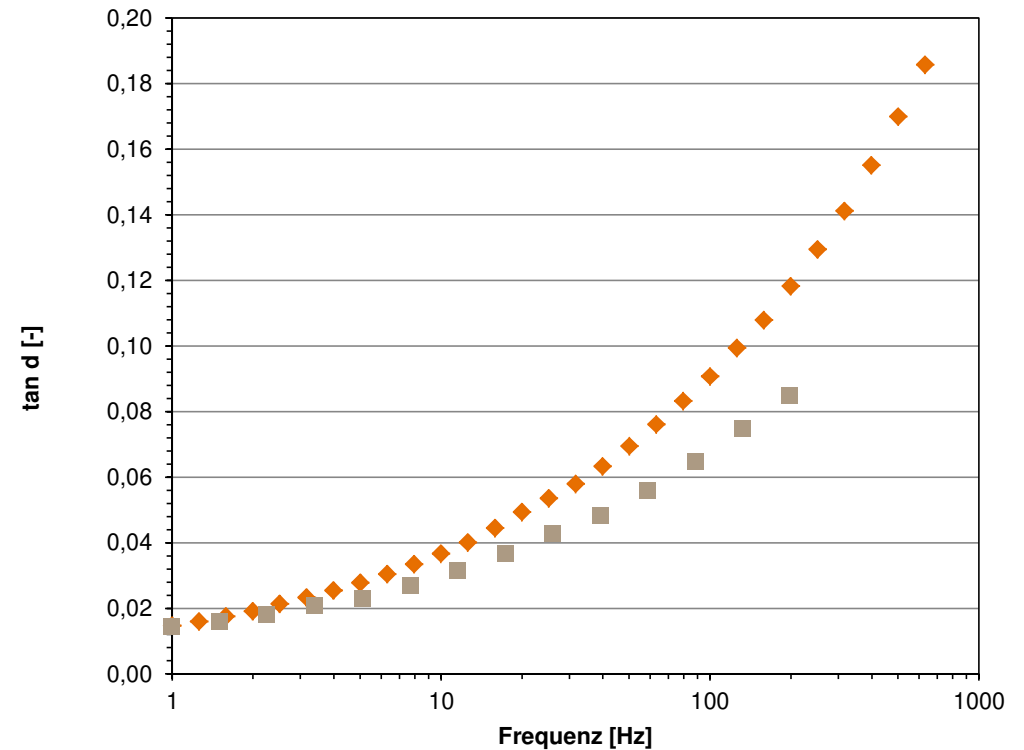
Nano-DMA: Ergebnis für Naturkautschuk

Speicher- und Verlustmodul



◆ DMA
■ NANO DMA

Dämpfung

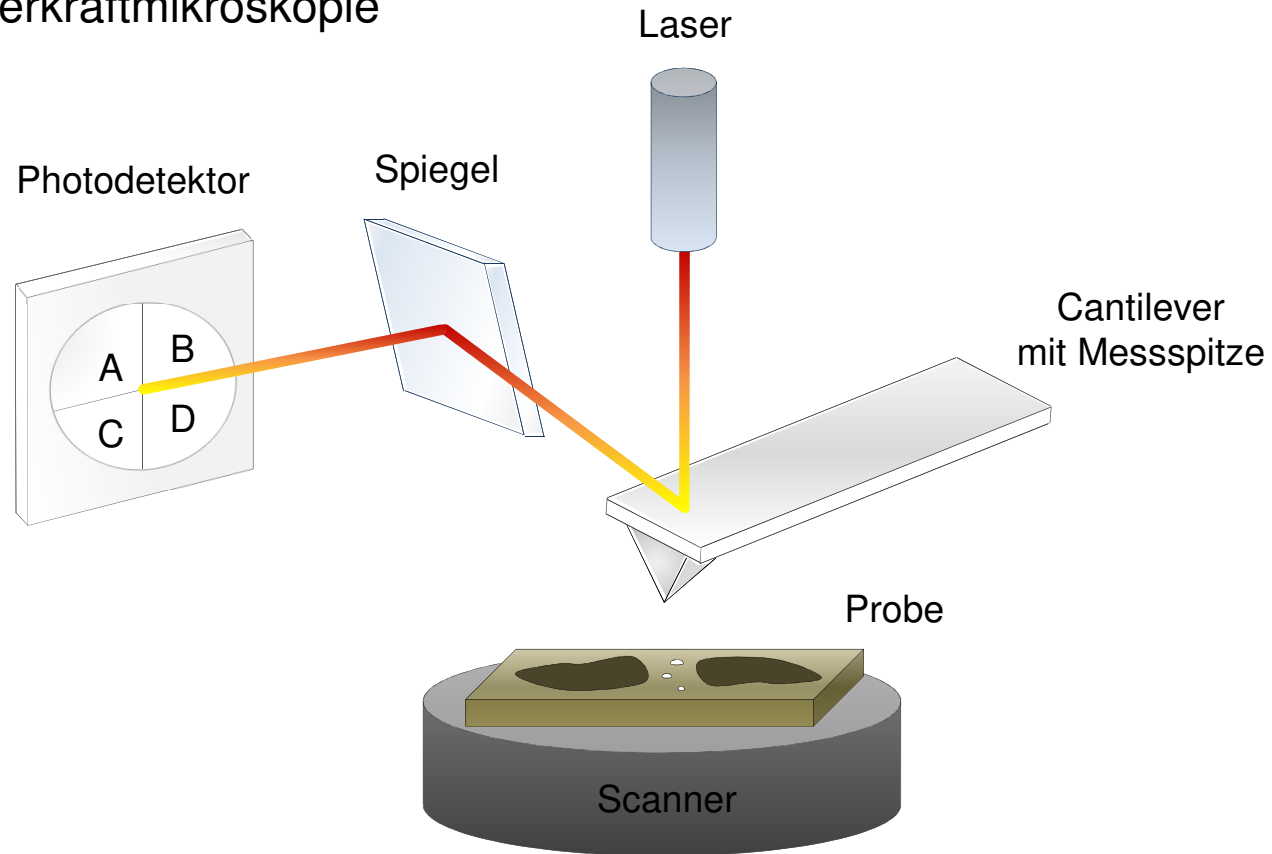


Rasterkraftmikroskopie (AFM)

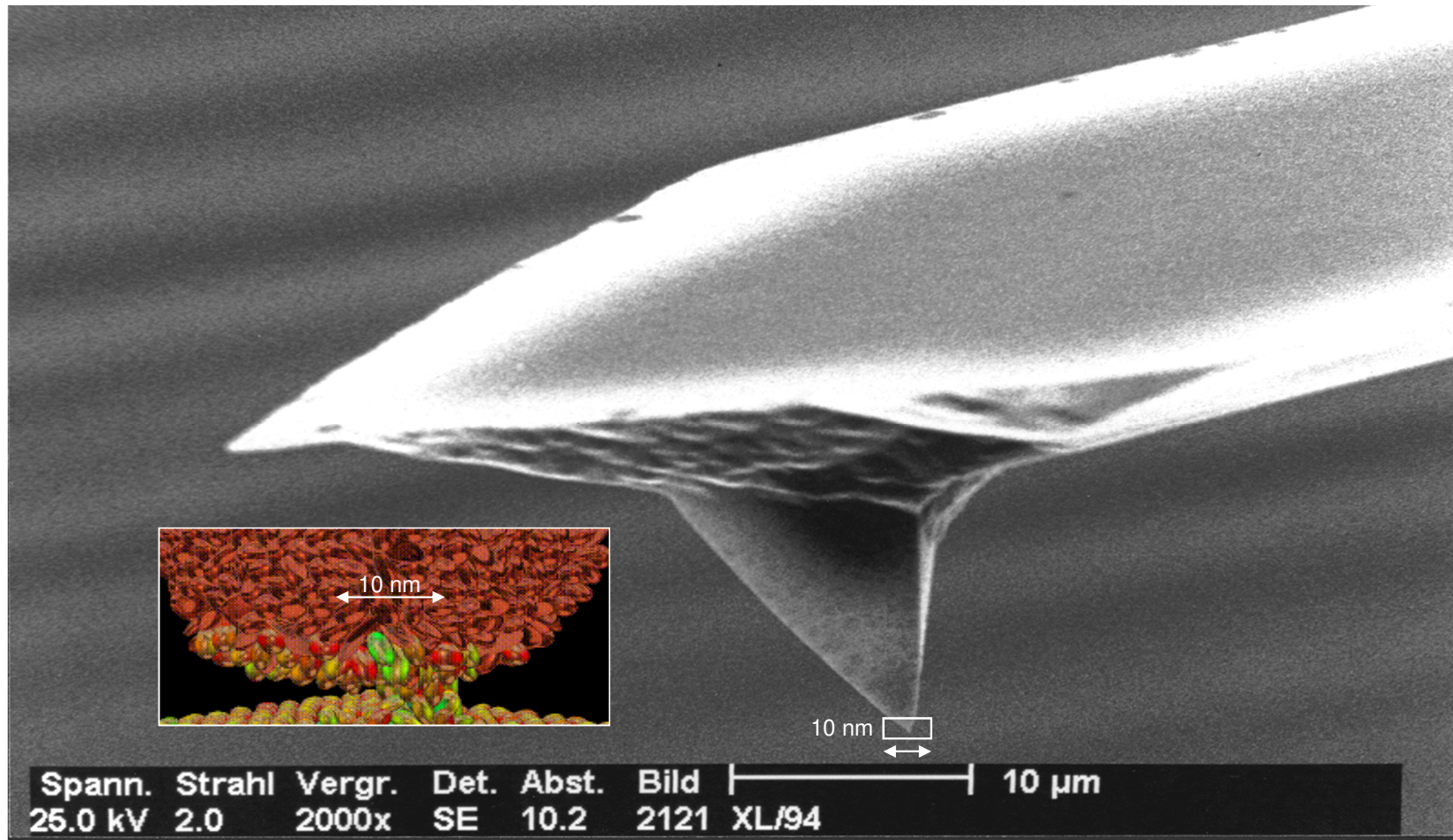
- Charakterisierung von Polymersystemen
- Konventionelle Rasterkraftmikroskopie
 - Abbildung hochaufgelöster Morphologien
 - Differenzierung von chemisch ähnlichen Polymerverbindungen
- Quantitative Rasterkraftmikroskopie
 - Quantifizierung lokaler mechanischer Eigenschaften
 - Kraftmodulierte Rasterkraftmikroskopie
 - Elastizität, Adhäsion, Dissipation
 - Amplituden- und frequenzmodulierte (AMFM) Rasterkraftmikroskopie
 - Elastizität und Energieverlust
- Korrelation mit mikroskopischen und makroskopischen Erkenntnissen

Rasterkraftmikroskopie

Konventionelle Rasterkraftmikroskopie

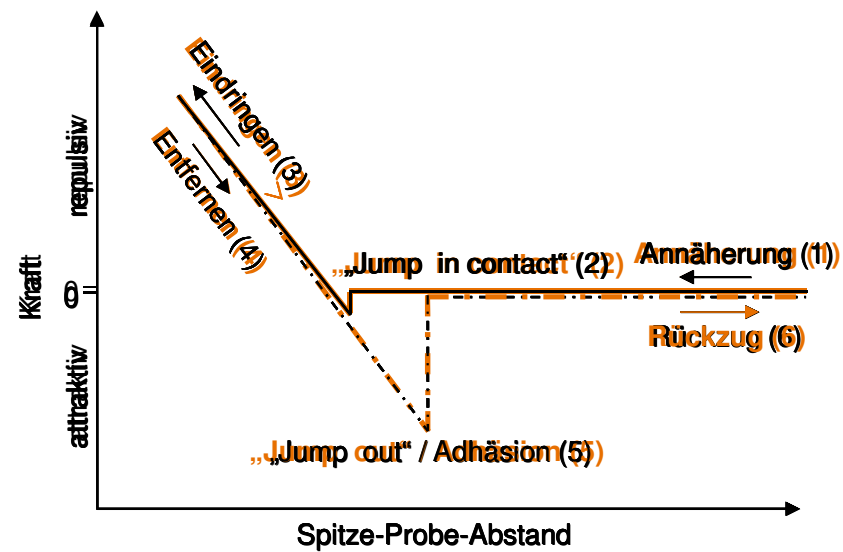
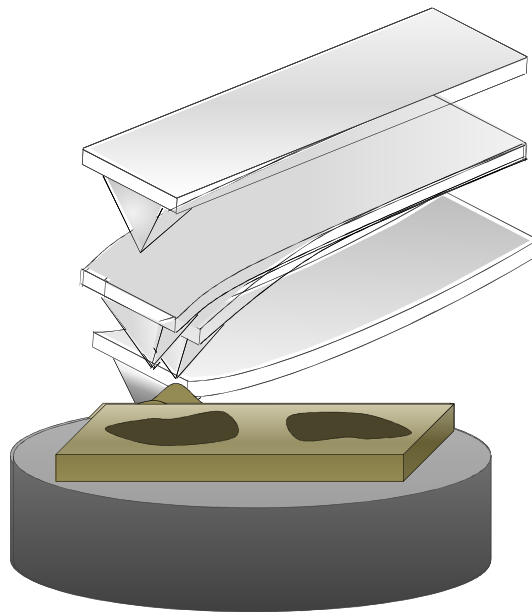


Messspitze am Cantilever



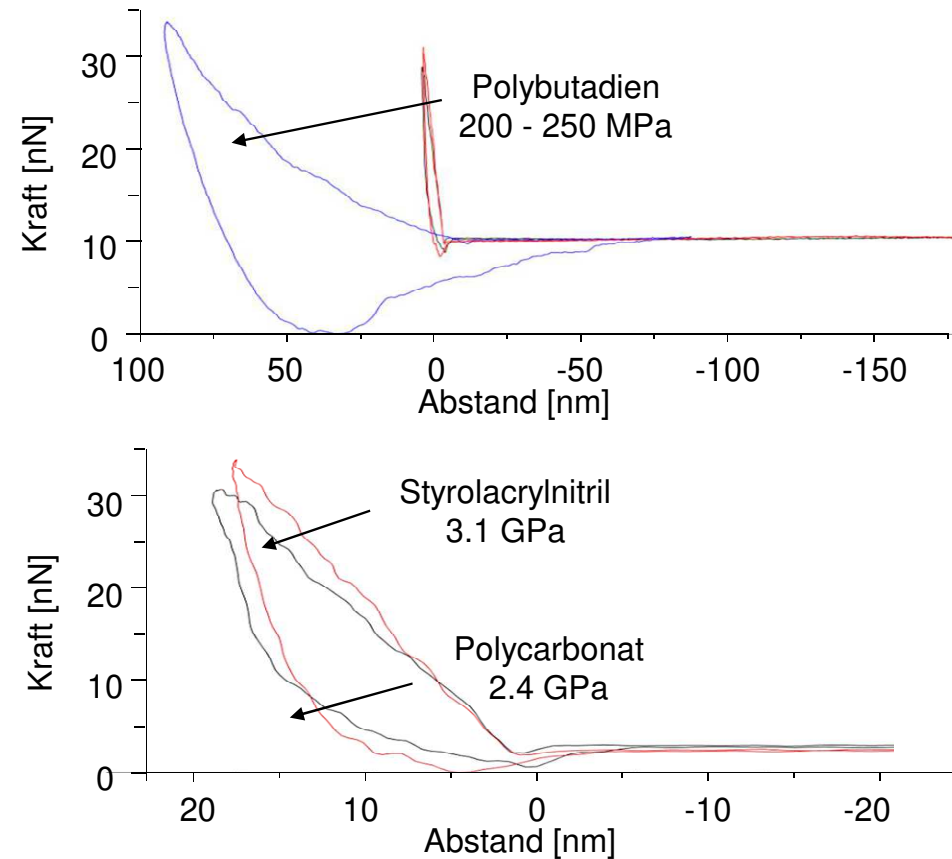
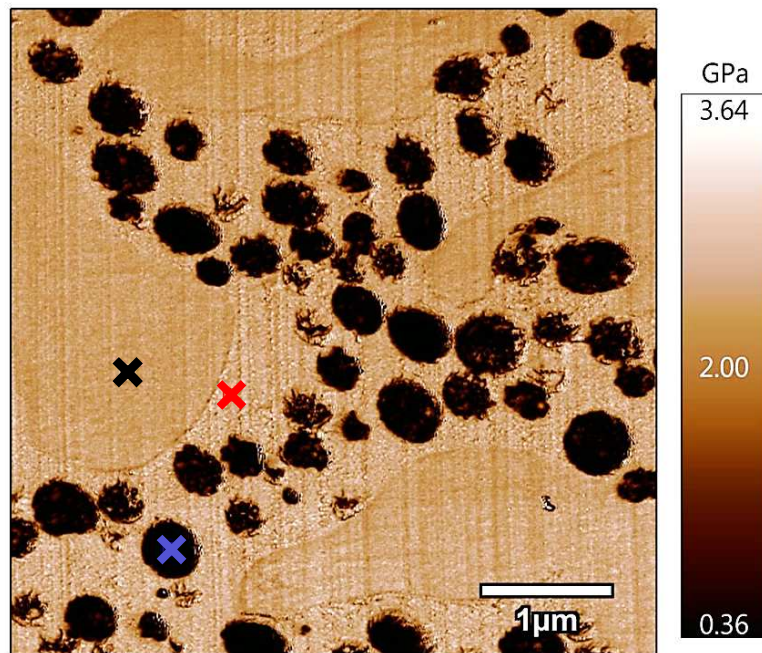
Kraftmodulierte Rasterkraftmikroskopie

Kraft-Abstands-Kurven



Mapping der mechanischen Eigenschaften

Fast Force Mapping

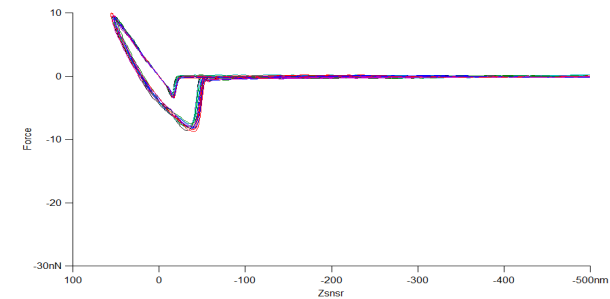
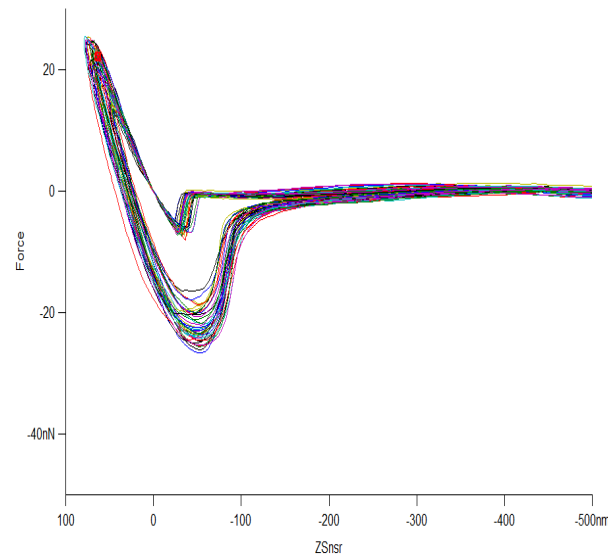
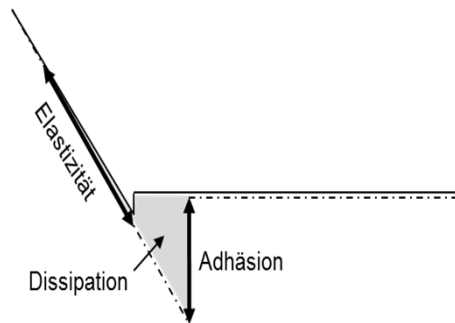


Detektion der WW Silicium/Kautschuk

Butadienkautschuk

Ausgang

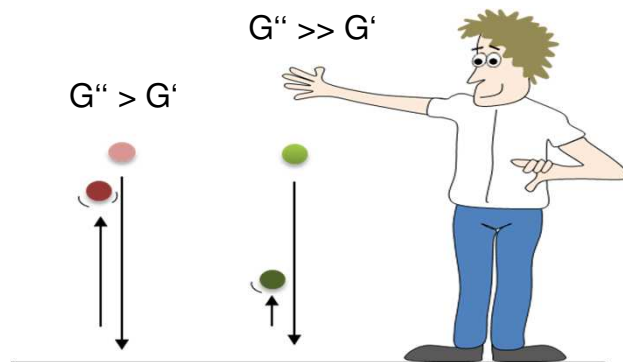
Vulkanisat



E-Modul [MPa]	9.3	5,8
Adhäsion [nN]	23,6	8,1
Dissipation [fJ]	0,42	0,14

Amplituden und frequenzmodulierte Rasterkraftmikroskopie

Amplitude: Energieverlust ($\tan \delta$)

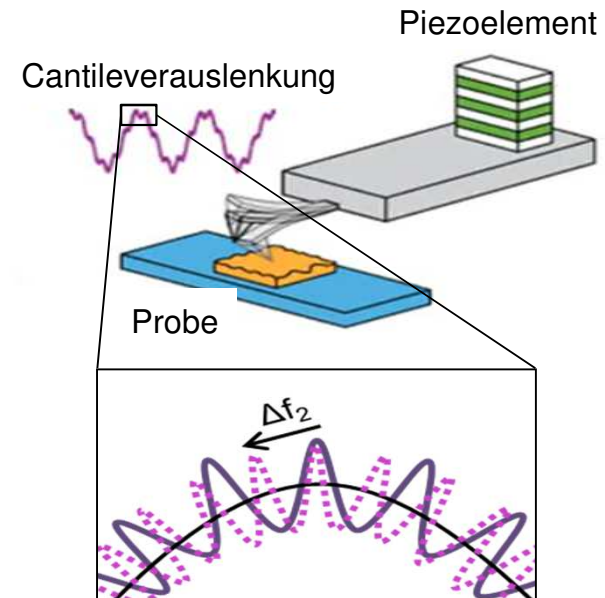


$$\tan \delta = \frac{\text{Verlustmodul } G''}{\text{Speichermodul } G'}$$

$$\tan \delta = \frac{\sin \varphi - A / A_0}{\cos \varphi}$$

$$f_1 \sim 300 \text{ kHz}$$

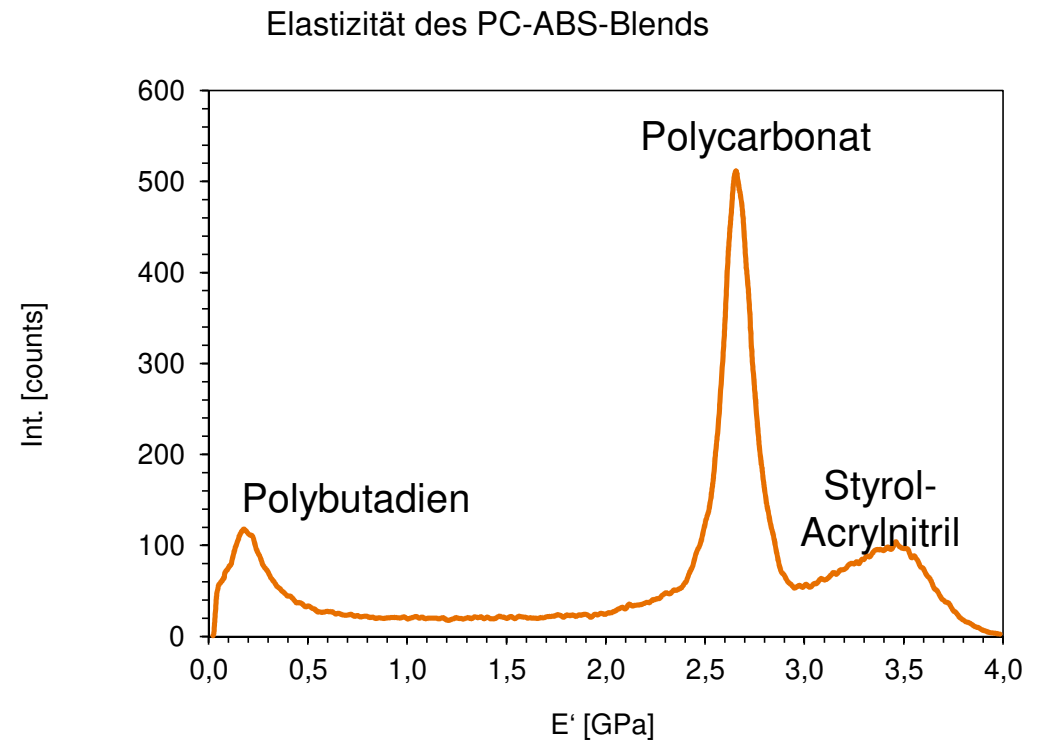
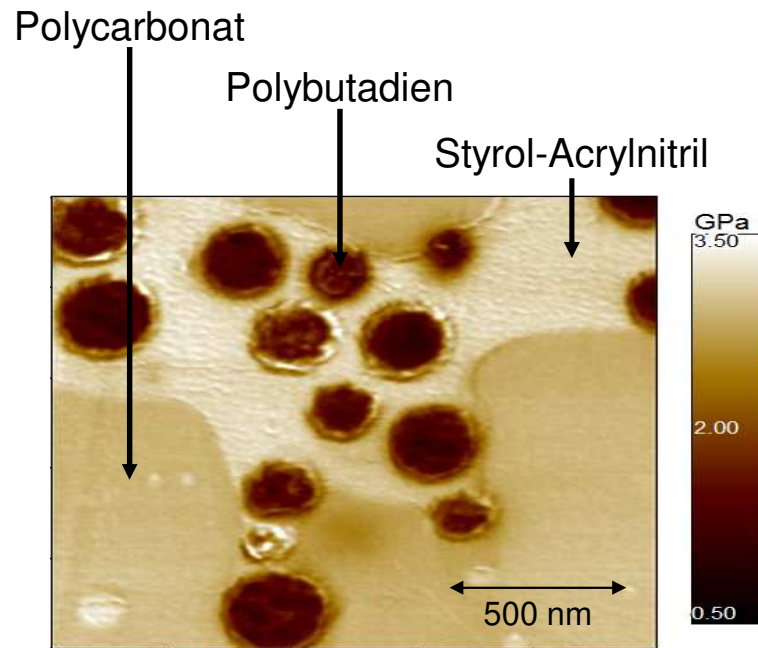
Frequenz: Elastizität (E' -Modul)



$$E' = \alpha \cdot \Delta f_2^p$$

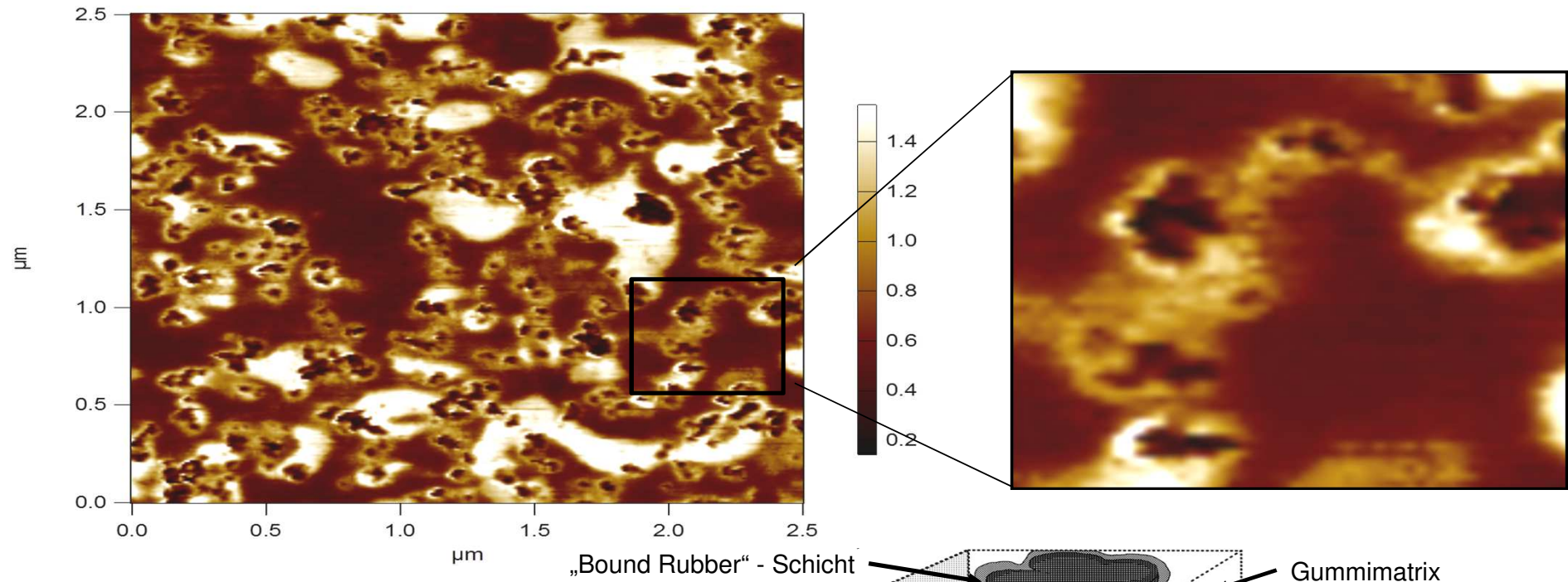
$$f_2 \sim 1.8 \text{ MHz}$$

Morphologie und Elastizität von PC/ABS-Blends



„Bound rubber“: Kopplung Gummi - Russ

Energieverlust ($\tan \delta$) - Abbildungen



D.Gabriel et al. (2016) Colloid Polym Sci 294: 501-511

Vielen Dank
für Ihre Aufmerksamkeit