1.9.1 Elastizität

1.9 Mechanische Größen verformbarer Körper

1.9.1 Elastizität (M. Biermann)

1.9.1.1 Grundbegriffe und Vorbemerkungen

Für das Messen mechanischer Größen verformbarer Körper sind im wesentlichen keine anderen Techniken anzuwenden als für das Messen von Längen, Winkeln, Zeiten, Kräften, Massen und Temperaturen. Die vorrangige Aufgabe besteht vielmehr im Ermitteln der Materialgesetze oder, treffender gesagt, im Aufstellen von Satzungen, durch die bei den verschiedenen verformbaren Körpern die stoffartabhängigen Beziehungen zwischen Kräften und Bewegungen festgelegt werden.

Materialsatzungen formuliert man zunächst – von empirischen Mutmaßungen ausgehend – vermöge theoretischer Überlegungen als mathematische Gleichungen mit dem Ziel, Meßprogramme möglichst exakt zu planen. Falls die experimentellen Untersuchungen die angenommenen Materialgleichungen nicht bestätigen, hat man mit verbesserten Ansätzen neu zu beginnen. Am Ende des Verfahrens steht das Bestimmen von Materialkennwerten, die als Koeffizienten der Materialgleichung auftreten. Eine experimentell hinreichend gestützte Materialgleichung bildet eine Grundlage für Rechenverfahren, nach denen man experimentell nicht direkt anfaßbare technische Probleme lösen kann. Außerdem vermag die Kenntnis einer Materialgleichung die aufwendige Kasuistik konventioneller Prüfungen zu ersetzen.

Die wichtigste Materialklasse ist die der simplen Materialien. In deren Materialgleichung kann die Bewegungs- durch die Verformungsgeschichte erfaßt werden, kommt also keine materialcharakteristische Länge vor. Außer Kenngrößen mit der Dimension 1 gibt es nur einen "Elastizitätsmodul" mit der Dimension einer Spannung und eine "Relaxationszeit" mit der Dimension einer Zeit oder ersatzweise einen "Viskositätsmodul" mit dem Dimensionsprodukt Spannung mal Zeit. Wegen der Invarianz simpler Materialien unter Änderungen des Längenmaßstabes kann es am Körperrand keine anderen Materialeigenschaften als im Körperinneren geben. Die Erscheinung der Oberflächenspannung (Kapillarität) ist also keine Eigenschaft eines simplen Materials; sie wird in 1.9.5 gesondert behandelt.

Die Mannigfaltigkeit der Materialeigenschaften erfährt durch Materialsymmetrien Einschränkungen, deren höchste Stufe die Materialisotropie ist. Ein homogener Körper heißt isotrop, wenn er sich in eine unverstellte Gestalt bringen läßt, in der unter Starrbewegungen keine Änderungen der Materialeigenschaften zu entdecken sind. Die unverstellte Gestalt dient zweckmäßigerweise als Bezugsstellung. Materialhomogenität ist durch die Existenz einer für alle Körperpunkte gleichen Bezugsstellung gekennzeichnet. Existiert eine solche im unbelasteten Körper, so bezeichnet man den betreffenden Zustand als den natürlichen Zustand. Zum Zweck der Vereinfachung sollen im folgenden stets die Voraussetzungen gelten, daß die Probekörper aus isotropem und homogenem Material bestehen und natürliche Zustände haben. Polykristalline Stoffe, deren Kristallite statistisch völlig unregelmäßig ausgerichtet sind, werden makroskopisch als "quasiisotrop" und "quasihomogen" betrachtet.

Für Materialuntersuchungen ist der Begriff der homogenen (d. h. für sämtliche Körperpunkte des Versuchskörpers gleichen) Verformung fundamental. Wenn das Material simpel ist, lassen sich alle Eigenschaften eines homogenen Materials aus homogenen Verformungen vollständig bestimmen. Homogene Verformungen zeichnen sich außerdem dadurch aus, daß sie in jedem homogenen Körper – lediglich unter der zugehörigen Randbelastung – existieren können. Umgekehrt gilt, daß in ungezwängten Körpern jener Art – selbst wenn die Materialien isotrop sind – außer den homogenen

Verformungen keine andere Klasse von Verformungen die genannte Eigenschaft aufweist (Theorem von Ericksen). Die praktische Bedeutung homogener Verformungsfelder ist darin zu sehen, daß man mit diesen grundsätzlich Meßprogramme durchführen kann, ohne jeweils ein Randwertproblem aufgrund einer mutmaßlichen Materialgleichung lösen zu müssen.

Hat ein Material ein "schwindendes Gedächtnis" für seine Verformungsgeschichte, so heißt es viskoelastisch. Je kürzer die durch innere Reibung bewirkte viskoelastische Nachwirkung dauert, als desto stärker gilt der Geächtnisschwund. Ein Material mit "versagendem Gedächtnis" springt bei Entlastung ungehemmt in seine Vorzugsstellung zurück und heißt schlechthin elastisch. Sofern die Verformungen eines viskoelastischen Materials weit genug in der Vergangenheit zurückliegen, kommt unter einer statischen Beanspruchung lediglich das elastische Verhalten zum Vorschein. Unter periodischer oder plötzlicher Beanspruchung wird ein "quasielastisches" Verhalten beobachtet, das von einem durch die Beanspruchung bestimmten Zeitparameter abhängt. Die isotrope Quasielastizität – aber nicht die Viskoelastizität – läßt sich in den eng gesteckten Rahmen dieses Buches teilweise einbeziehen.

Herrscht die viskoelastische Nachwirkung so stark vor, daß der elastostatische Spannunganteil gegenüber der inneren Reibung vernachlässigbar ist, das Material also ein beständiges Gedächtnis für eine ganze nicht zu ungleichmäßig verlaufende Verformungsgeschichte hat, dabei aber keine Vorzugsstellung existiert, so heißen die Materialien viskos; sie werden in 1.9.4 gesondert behandelt.

Ein verformter isotrop elastischer Körper ähnelt einem unverformten anisotropen Körper, dessen Symmetrieachsen den Hauptachsen des Verformungszustandes entsprechen. In einem solchen Körper, dessen 3 Hauptdehnungen alle voneinander verschieden sind, können sich daher 9 Hauptwellen – davon 3 Längs- und 6 Querhauptwellen – mit verschiedenen Geschwindigkeiten fortpflanzen. Die Fortpflanzungsrichtung einer Hauptwelle liegt definitionsgemäß längs einer der 3 Hauptachsen des Grundzustandes. Eine Welle heißt Längswelle, wenn ihre Amplitude die Fortpflanzungsrichtung hat, und Quer-(oder Scher-)welle, wenn ihre Amplitude quer zur Fortpflanzungsrichtung liegt. Inkompressible Materialien vermögen nur Quer-, aber keine Längswellen zu übertragen.

Ein isotropes Material, dessen Gestalt stets unverstellt ist, nennt man Fluid (ein Gattungsname für Gase, Flüssigkeiten, Schmelzen und Gläser im Rahmen der Theorie simpler Materialien). Verschwindet die Nachwirkung des Fluids identisch in jeder Verformungsgeschichte, so heißt es elastisches Fluid. Es antwortet dann nur auf hydrostatische Zustände mit Normalspannungen

$$\sigma = -p(\varrho), \tag{1.87}$$

die nicht von der Richtung, aber von der Massendichte ρ abhängen können, und vermag keine Quer-, sondern nur Längs-(Volumen-)wellen mit der Geschwindigkeit

$$c_{\rm F} = \sqrt{\partial p} / \partial \rho \tag{1.88}$$

zu übertragen.

Da in elastischen (nicht viskoelastischen) Materialien sowohl die Spannungen wie die Verformungen gemeinsame Hauptachsen haben, nimmt die Materialgleichung ihre einfachste Form an, wenn die Hauptachsen das Bezugssystem bilden. Die Hauptnormalspannungen seien mit σ_i , die Hauptdehnungen mit ε_i bezeichnet. Für ein isotrop und

linear elastisches Material gilt demzufolge

$$\sigma_i = 2G(\varepsilon_i - \sum_i \varepsilon_i/3) + K \sum_i \varepsilon_i \qquad (i = 1, 2, 3), \tag{1.89}$$

das sogenannte verallgemeinerte Hookesche Gesetz. G bedeutet den Scherelastizitäts-(oder Schub-)modul, K den Volumenelastizitäts-(oder Kompressions-) modul.

Statt G und K kann man ein beliebiges anderes der Gl. (1.89) genügendes Paar von Materialkenngrößen verwenden. Am gebräuchlichsten sind der von Euler eingeführte Dehnelastizitätsmodul E, der sich bei Stabzugversuchen als Verhältnis von Zugspannung zu Längsdehnung ergibt und zumeist schlechthin "Elastizitätsmodul" genannt wird, und die Poissonzahl μ , die sich dabei als Verhältnis der negativen Querdehnung zur Längsdehnung ergibt. Die vermöge Gl. (1.89) bestehenden Verknüpfungen dieser Moduln sind in Tab. 1.6 zusammengestellt. Werte der Moduln s. Tab. T 1.09a-g in Band 3.

Tab. 1.6 Verknüpfungen zwischen Kenngrößen der isotropen und linearen Elastizität (Scherelastizitätsmodul G, Volumenelastizitätsmodul K, Dehnelastizitätsmodul E, Poissonzahl μ)

(G, K)	(G, E)	(<i>G</i> , μ)	(K, E)		(<i>K</i> , μ)		(<i>E</i> , μ)	
G	= <i>G</i>	= <i>G</i>	=	$\frac{3KE}{K-E}$		$\frac{3K(1-2\mu)}{2(1+\mu)}$		$\frac{E}{2(1+\mu)}$	
K	$=\frac{GE}{3(3G-E)}$	$=\frac{2G(1+\mu)}{3(1-2\mu)}$		K	=	K	-	$\frac{E}{3(1-2\mu)}$	
$\frac{9GK}{G+3K}$	= <i>E</i>	$= 2G(1+\mu)$	=	Ε	=	$3K(1-2\mu)$	=	E	
$\frac{3K-2G}{6K+2G}$	$-=rac{E}{2G}-1$	= μ	$=\frac{1}{2}$	$-\frac{E}{6K}$		μ	Ŧ	μ	

Die Linearisierung hat zur Folge, daß alle Wellen Hauptwellen sind und sich deren Anzahl von 9 auf 2 vermindert, da der Grundzustand gleichsam als unverformt zu betrachten ist. Mit c_1 als der Längs- und c_t als der Querwellengeschwindigkeit bekommt man die Poisson-Christoffelsche Beziehung.

$$\rho c_{t}^{2} = G = \frac{E}{2(1+\mu)} < \rho c_{1}^{2} = \frac{4}{3} G + K = \frac{E(1-\mu)}{(1+\mu)(1-2\mu)}$$
(1.90)

und die Ausdrücke

$$E = \rho c_t^2 (3c_1^2 - 4c_t^2) / (c_1^2 - c_t^2).$$
(1.91)

$$\mu = (c_1^2/2 - c_1^2)/(c_1^2 - c_1^2)$$
(1.92)

unter Benutzung von Tab. 1.6.

Diese Ausdrücke gelten im unbegrenzten Medium, das keine Querdehnungen überträgt. Der "Dehnwellenmodul" ρc^2 ist wegen zusätzlicher Freiheitsgrade in einem dünnen Stab gleich E

und in einer dünnen Platte gleich $E/(1-\mu^2)$, also für $\mu \leq \frac{1}{2}$ kleiner als der "Längswellen modul" ρc_1^2 , der nach Gl. (1.90) für $\mu = \frac{1}{2}$ unendlich groß würde. Eine Körperabmessung gilt als dünn, wenn sie klein im Vergleich zur Wellenlänge ist. In elastischen Fluiden gibt es wegen G=0 nur den einzigen Modul

$$K = \rho c_{\rm F}^2 \tag{1.93}$$

zufolge Gl. (1.88).

Wenn man – wie es in der Praxis oft geschieht – das lineare Gesetz nach Gl. (1.88) auf endliche Verformungen anwendet, machen sich einige Entartungserscheinungen bemerkbar. So vermögen nach der linearen Theorie auch endliche Verformungen keinerlei Anisotropie bezüglich der Wellenfortpflanzung hervorzurufen. Homogene Verformungsfelder, deren Existenz in ungezwängten nichtlinearen Materialien unmöglich ist, sind beschreibbar. Außer den Dehnungen können Drehungen Einfluß auf den Spannungszustand haben. Eine scheinbar beobachtete Richtungsabhängigkeit kann dann unter Umständen als Anisotropie des Materials mißdeutet werden. Das lineare Gesetz für viskose Fluide (s. 1.9.4) dagegen zeigt keinerlei Entartung.

Wegen der Voraussetzung der Infinitesimalität empfiehlt es sich, Meßreihen mit stetig abnehmenden Verformungswerten durchzuführen und zu dem Wert 0 zu extrapolieren. Bisherige, aus sorgfältigen statischen Messungen stammende Befunde bestätigen allerdings das lineare (Hookesche) Gesetz fast nie. Eine Erscheinung, die der Beobachtung leicht entgeht, wenn man mit einer üblichen - der Norm entsprechenden - "harten" Prüfmaschine arbeitet (s. 1.9.1.2), also die Spannungsgeschichte unter Vorgabe der Verformungsgeschichte aufnimmt, ist der Savart-Masson-(Portevin-LeChatelier-)Effekt (vgl. Bell (1973)). Er äußert sich gegebenenfalls deutlich bei kraftschlüssiger Versuchsführung unter langsam veränderter Belastung darin, daß die Verformungen unstetig erfolgen, und mag eine Ursache für einige unerklärte oder gewöhnlich mißdeutete Schwankungen der Elastizitätswerte sein. Ein hervorstechendes Beispiel dafür liefert Zink, Während diese Erscheinung noch nicht ganz verstanden wird, gibt es für simple Materialien kontinuumsmechanisch begründete Effekte der nichtlinearen Elastizität: den Poynting-Effekt, dem zufolge sich ein einfach gescherter Körper in der Schubrichtung zusammenzuziehen und senkrecht zur Schubebene auszudehnen sucht, sowie den Wertheim-Kelvin-Effekt, dem zufolge derselbe Körper sein Volumen zu vergrößern sucht. Genaue Meßergebnisse wurden bisher lediglich bei nahezu inkompressiblen Gummimaterialien hinsichtlich des Povnting-Effekts erzielt (Rivlin u. Saunders (1951); Gent u. Rivlin (1952)). Die zumeist nicht vernachlässigbare Kompressibilität der Probematerialien bringt so viel zusätzliche Verwicklungen mit sich, daß man in der Praxis fast nur auf der Grundlage der linearen Elastizitätstheorie arbeitet.

Die lineare Theorie hat bereits großzügige Programme zum Messen der Elastizitätskenngrößen gezeitigt. Durch die elektronische Technik geförderte dynamische Untersuchungen (s. 1,9.1.4) mit kleinsten Verformungsamplituden von der Größenordnung 10^{-7} m/m kommen der vorausgesetzten Infinitesimalität in geometrischer Hinsicht entgegen und liefern gut wiederholbare Meßergebnisse, weil Nachwirkungseffekte – bei hohen Frequenzen (Ultraschall) – unterdrückt und Temperatureinflüsse – bei niedrigen Frequenzen – praktisch leicht beherrscht werden (vgl. Richards (1952)). Um eine ausreichende Meßleistung zu erzielen, benötigt man allerdings eine um so höhere Frequenz, je kleiner die Verformungsamplitude ist. Eine obere Frequenzgrenze trifft man infolge der Materialstrukturfehler an. Diese wirken als Streuzentren auf Ultraschallimpulse, die sich als solitäre Wellen im dispersionsfreien elastischen Material ohne Profiländerung fortpflanzen, und lassen sich dadurch "zerstörungsfrei" nachweisen.

Übersichtliche Darstellungen älterer statischer und dynamischer Meßverfahren sind in dem Buch von Eder (1968) zusammengefaßt. Neuere, zum Teil auch apparativ aufwendige Verfahren findet man in der Monographie von Schreiber u.a. (1973) und in dem Artikel von Breazeale u.a. (1981) beschrieben.

Beim Beurteilen der mit dynamischen Verfahren erreichbaren guten Wiederholbarkeit der Meßergebnisse hat man noch folgendes zu bedenken. Auf rein sinusförmige Schwingung der Verformung antwortet ein nichtlinear elastisches Material mit Oberschwingungen der Spannung.

1.9.1 Elastizität

Ebenso gilt die Umkehrung, daß die Verformung eines solchen Materials unter rein sinusfömiger Schwingung der Spannung verzerrt ist. Das nichtlineare Materialverhalten wird aber durch dynamische Verfahren verdunkelt, wenn elektronische Geräte mit selektiven Charakteristiken eingesetzt werden, deren Wirkung im Beseitigen vermeintlicher Störungen des Meßvorgangs besteht.

Ist die Dichte der Verformungsarbeit infolge großer Beanspruchungsgeschwindigkeit beträchtlich, so kann sich die Temperatur während des Versuches erhöhen. Dies hat man insbesondere bei temperaturempfindlichen organischen Stoffen zu beachten. Im Zweifelsfall muß der Versuchskörper thermostatisiert werden.

Bei Verformungen, die mit Volumenänderungen verbunden sind, sagt die Thermodynamik einen kleinen Unterschied zwischen is other men und adiabaten Moduln voraus. Davon bleibt allein der Scherelastizitätsmodul ausgenommen. Der Unterschied wird für Festkörper auf weniger als 1% geschätzt und scheint praktisch kaum meßbar zu sein. Weiteres s. 3.2.1.3 und 3.2.2.3. Die adiabaten Moduln sind vor allem bei starken Wellen großer Amplitude wichtig.

Die hohen Anforderungen wissenschaftlicher Untersuchungen lassen sich bei technischen Prüfungen weitgehend mindern, sofern keine absolut gültigen – beispielsweise für Konstruktionsunterlagen geeignete – sondern lediglich relativierte Kenngrößen verlangt werden. Solche Größen genügen gewöhnlich zum Vergleichen verschiedener Proben eines Werkstoffs unter besonders vereinbarten Bedingungen oder zum Überwachen und Sichern der Güte eines Erzeugnisses. Die Mängel, die mit den Beschränkungen der theoretischen Grundlagen und mit anderen Vereinfachungen verbunden sind, muß man durch Vereinbarungen über möglichst alle Versuchsbedingungen, deren Einflüsse auf die Meßergebnisse nicht ohne weiteres durchschaubar sind, einigermaßen wettzumachen suchen. Dabei hilft die Normung; siehe insbesondere die DIN-Taschenbücher Nr. 18, 19 und 47 sowie Kap. 11 (in Band 3).

1.9.1.2 Genormte Elastizitätsmeßverfahren

DIN 51220 betrifft allgemeine Richtlinien für Werkstoffprüfmaschinen, DIN 51221 Zugprüfmaschinen. DIN 51223 Druckprüfmaschinen, DIN 51227 Biegeprüfmaschinen und DIN 51226 Zeitstandprüfmaschinen für Zugbeanspruchung. Als große Prüfmaschinen sind sogenannte Universalprüfmaschinen – das sind solche, die sich für mehrere Versuchstypen zugleich eignen (s. DIN 51221 Teil 2) – besonders wirtschaftlich. Die Beanspruchungseinrichtung einer Prüfmaschine gemäß DIN 51220 soll in der Regel gestatten, die jeweils erforderlichen Beanspruchungsgeschwindigkeiten einzustellen. Wird der Vorschub des Prüfkopfes vorgegeben, so muß das Gestell der Prüfmaschine gegen die Rückwirkungskräfte der Probe genügend unempfindlich sein. Das Kraftmeßgerät soll wegarm und bezüglich der jeweils vorgeschriebenen Beanspruchungsgeschwindigkeit trägheitsarm arbeiten. DIN 51301 gilt für Kraftmeßgeräte, die zum Untersuchen der Funktion von Kraftmeßeinrichtungen in Werkstoffprüfmaschinen dienen und mit denen die Kraft durch ein Maß der elastischen Verformung eines Festkörpers bestimmt wird.

Die meisten Versuchsanlagen, die zum Bestimmen von Elastizitätskenngrößen dienen, lassen sich unter erhöhter Beanspruchung auch für Festigkeitsprüfungen (s. 1.9.2) verwenden.

Stabdehnversuche Für metallische Werkstoffe legt DIN 50145 einen einfachen Zugversuch fest. DIN 50125 gibt Richtlinien für die Herstellung der Proben. Um die Einspannbedingungen zu verbessern, bildet man die beiden Enden eines Probekörpers mit Verdickungen oder Verbreiterungen – sogenannten Köpfen – aus. Die Abmessungen von Rundproben mit glatten Zylinderköpfen zum Einspannen in Beißbacken, von Rundproben mit Gewinde-, Schulter- oder Kegelköpfen und von Flachproben mit Köpfen für Beißkeile sind genormt. Andere Formen von Probekörpern sind mit Rücksicht auf die jeweils vorliegenden Erzeugnisse zulässig. Die Änderung $l - l_0$ der anfänglichen Meßlänge l_0 , die innerhalb des zylindrischen oder prismatischen Teils des Probestabes liegen muß, wird in Abhängigkeit von der Zugkraft F gemessen. Für einen Probekörper, der die anfängliche Querschnittsfläche A_0 innerhalb der Meßlänge hat und

nicht über den linear elastischen Bereich hinaus beansprucht wird, berechnet man aufgrund eines aufgenommenen Kraft-Verlängerungs-Diagramms den Dehnelastizitätsmodul

$$E = (l_0/A_0)F/(l - l_0).$$
(1.94)

DIN 53457 ist die entsprechende Norm für Kunststoffe, bei denen das viskoelastische Verhalten zusätzliche Fragen aufwirft. Die Dehn- oder Stauchgeschwindigkeit soll 1 cm/m min betragen. Eine Begründung für diese Festlegung gibt der Aufsatz von Schreyer u. Bauer (1968). Die Prüfung läßt sich als einfacher Druckversuch ausführen, sofern bei dünnen Probekörpern eine Stützvorrichtung das Ausknicken verhindert. Für Zugversuche sind Rechteckstäbe mit Einspannköpfen, für Druckversuche Rechteckstäbe ohne Querschnittsänderungen vorgeschrieben. DIN 53455 enthält Richtlinien über Form und Abmessungen von Probekörpern.

Zum Prüfen harter Schaumstoffe im Zugversuch legt DIN 53430 Probekörper von rechteckigem Querschnitt fest. Auf deren verbreiterte Enden können, falls die Probe nicht genügend druckfest ist, zur Verbesserung der Einspannbedingungen Metallplatten geklebt werden. In jedem Fall werden die 4 Schultern eines solchen Probekörpers noch durch 4 Metallzylinder gehalten. Nach dieser Norm soll eine feste Dehngeschwindigkeit von 25 cm/m min gewählt werden.

DIN 53392 betrifft die Prüfung "unidirektionaler Laminate" aus Kunststoffen, die in einer Richtung mit Textilglasgarnen oder -vorgespinsten für einachsige Zugbelastung verstärkt sind. Da an den Schultern der sonst vorgeschriebenen Probekörper die verstärkenden Fasern zum Teil durchschnitten würden und bei Probekörpern ohne Schultern Einspannbrüche auftreten könnten, wird die Herstellung einer endlosen Probe von Stadionform vorgeschrieben. Aus dem aufgenommenen Kraft-Verlängerungs-Diagramm soll der Modul gemäß Gl. (1.94) bei einer Dehnung von 1 mm/m berechnet werden. Dabei ist jedoch $F/(I-I_0)$ durch $\Delta F/\Delta I$ zu ersetzen. $\Delta F/\Delta I$ bedeutet die Steigung einer durch die Meßpunkte des Diagramms gelegten Ausgleichsgeraden, die im Falle der Nichtlinearität den Nullpunkt verfehlt. Den so bestimmten, eigentlich nur für isotrop elastische Materialien definierten Modul mit E zu bezeichnen, ist wegen der Mißdeutungsgefahr bedenklich; denn er ist nicht mit dem in 1.9.1.1 eingeführten Eulerschen Modul identisch.

Mit Universalprüfmaschinen kann man sowohl Zug- als auch Druckversuche durchführen. Man beachte, daß bei großen Verformungen der Elastizitätsmodul im Zug- und Druckbereich gemeinhin verschieden ist.

Das mechanische Verhalten von Kautschukvulkanisaten (Gummi) weicht infolge der Dämpfung so stark von den Voraussetzungen der linearen Elastizitätstheorie ab, daß besondere Untersuchungsverfahren notwendig sind. DIN 53513 legt einheitliche Bedingungen für das Bestimmen viskoelastischer Kenngrößen mittels erzwungener Schwingungen außerhalb der Resonanz fest. Da die Untersuchungsfrequenz vom Erreger vorgegeben wird, eignet sich dieses Verfahren auch zum Ermitteln der Temperaturabhängigkeit der Kenngrößen bei konstanter Frequenz und damit zur mechanischen Spektrometrie (vgl. DIN 7724). Das "Roelig-Gerät" wird als ein Ausführungsbeispiel vorgestellt.

Stabbiegeversuche Unter der Biegung eines Stabes versteht man im wesentlichen eine Formänderung mit einer nicht verformten, sogenannten neutralen Schicht, auf deren einer Seite die Dehnung parallel zur neutralen Schicht positiv und auf deren Gegenseite sie negativ, also eine Stauchung ist. Sofern Querdehnungen nicht behindert werden und die lineare Elastizitätstheorie gültig ist, lassen sich Biegeversuche zum Bestimmen des Dehnelastizitätsmoduls heranziehen. Dabei wendet man die Balkenlehre von Bernoulli und Euler an, in der man Scherung und Querschnittsverwölbung vernachlässigt, sozusagen "reine" Biegung voraussetzt, die für Balken nur einachsige Spannungszustände liefert. Der Scherelastizitätsmodul gilt dann als unendlich.

Die für Biegeprüfmaschinen aufgestellte Norm 51227 sieht drehbare Walzen auf einem ebenen Biegetisch und einen Biegestempel mit einer kippbaren Finne vor. Scharfkantige Schneiden könnten bei hohen Auflagerdrücken störende Vertiefungen in der Probe hervorrufen. Diesen sowie

1.9.1 Elastizität

einigen anderen technischen Prüfverfahren – z. B. dem Biegeversuch an Hartschaumstoffen nach DIN 53423 und dem Biegeversuch an glasfaserverstärkten Kunststoffen nach der europäischen Norm EN 63 – liegt die aufbaumäßig schlichte "Dreipunktbelastung" zugrunde, bei der man die Durchbiegung im Bereich der mittleren Krafteinleitung, also in einem gestörten Bereich mißt. Die Gleichförmigkeit des Biegespannungsfeldes wird dagegen um so weniger gestört, je weiter der Ort der Krafteinleitung von dem zu untersuchenden Bereich entfernt ist. Daher verdient die "Vierpunktbelastung", bei der 2 gegensinnige Kraftmomente an den beiden Balkenenden die Biegung erzeugen, im Hinblick auf Meßgenauigkeit den Vorzug.

Die Vierpunktbelastung liegt der schon erwähnten Norm DIN 53457 für Biegeversuche an Kunststoffen zugrunde. An jedem Ende der Biegeprobe befindet sich im Abstand l_A vom Auflager eine Biegefinne. Zwischen den beiden Biegefinnen entsteht so unter der Last F ein gleichmäßiges Biegemoment $l_A F/2$. Die Norm empfiehlt, in diesem Bereich einen Bezugsbalken mit dem Schneidenabstand l_B zum Messen der Durchbiegung h aufzusetzen, die längs der Meßstrecke l_B in der Mitte unter der Biegekraft F bei konstanter Vorschubgeschwindigkeit des Biegestempels entsteht. Für einen Probekörper mit rechteckigem Querschnitt der Dicke d und der Breite b gilt

$$E = (3I_A l_B^2 / 4d^3b)F/h.$$
(1.95)

Die Norm empfiehlt, ein Kraft-Durchbiegungs-Diagramm aufzunehmen, in dem sich eine durch die Meßpunkte, aber im Falle der Nichtlinearität am Nullpunkt des Diagramms vorbeigehende Ausgleichgerade mit der Steigung $\Delta F/\Delta h$ ermitteln läßt. Man hat dann in der obigen Formel F/h durch $\Delta F/\Delta h$ zu ersetzen.

In DIN 53440 sind für Kunststoffe Biegeschwingungsversuche bei Frequenzen zwischen 1 und 10^4 Hz genormt. Innerhalb dieses Bereiches lassen sich die Messungen über 2 bis 3 Zehnerpotenzen der Frequenz erstrecken. Sauber quaderförmig geschnittene Probekörper, deren Dicke *d* etwa 1 bis 6 mm, deren Breite *b* etwa 8 bis 12 mm und deren freie Länge *l* höchstens 300 mm beträgt, werden empfohlen. Die folgenden zwei Fälle von Anordnungen verdienen den Vorzug.

- Einseitiger Biegeschwinger in senkrechter Lage (s. Fig. 1.62). Das untere Ende des Probekörpers wird zu Biegeschwingungen erregt. Die Einspannung des oberen Endes verhindert unbeabsichtigt miterregte Torsionsschwingungen. Der Schwingungsaufnehmer ist zwischen der Einspannung und dem benachbarten Schwingungsknoten anzu-



149

bringen. Wegen des möglichen Dämpfungseinflusses in der Einspannung sollte man auf die Grundschwingung (Ordnungszahl n=1) für Meßzwecke verzichten.

- Beidseitiger Biegeschwinger von symmetrischer Anordnung (s. Fig. 1.63). Der Probestab wird in Schwingungsknoten schallisolierend, vorteilhaft mit Textilfäden gehaltert, und zwar in waagerechter Lage, falls die Probe hinsichtlich ihres Eigengewichts genügend biegefest ist, sonst in senkrechter Lage, insbesondere falls man Untersuchungen auch bei hohen Temperaturen vornehmen will.



Bei sehr kleiner Dämpfung (Resonanzschärfe $Q \leq 100$) eignet sich die Untersuchung mittels freier Schwingungen, die man nach dem Abschalten erzwungener Resonanzschwingungen beobachtet. Vor dem Durchführen der Messungen muß man die Sinusform der erzeugten Schwingungen bezüglich der Zeit und eine ausreichende Höhe des Nutzpegels über dem Störpegel sicherstellen. Die Biegewellenlänge *n*-ter Ordnung ist $\lambda = 2\pi l/\beta_n$. Die Zahlenwerte von β_n sowie die Örter der Schwingungsknoten kann man im ersten Fall der Fig. 1.62 und im zweiten Fall der Fig. 1.63 entnehmen. Um Störschwingungen zu vermeiden, muß man beim Wählen der Probenabmessungen die Bedingung $d < b < \lambda/2$ einhalten. Für die Anwendbarkeit der Bernoulli-Eulerschen Balkenlehre ist $d < \lambda/2\pi$ zu fordern. Der Dehnelastizitätsmodul läßt sich dann aus der Gleichung

$$E = 48\pi^2 \rho l^4 f_n^2 / d^2 \beta_n^2 \tag{1.96}$$

berechnen. Hier bedeutet ρ die Massendichte der Probe und f_n die Kennfrequenz (vgl. DIN 1311 Teil 2) mit der Ordnungszahl n = 1, 2, ... Diese Frequenz stimmt mit der gemessenen, niedriger liegenden Eigenfrequenz der gedämpften Schwingung derselben Ordnung um so besser überein, je kleiner die Dämpfung ist.

Liegt die Resonanzschärfe etwa im Intervall $100 \ge Q \ge 10$, so wird empfohlen, die Resonanzen erzwungener Schwingungen in Abhängigkeit von der Frequenz aufzunehmen. Vor dem Auswerten der Resonanzkurve muß man die Abwesenheit von Störresonanzen sicherstellen. Aus der Halbwertsbreite Δf , die zu einer Gipfelfrequenz f_0 gehört, bekommt man die Resonanzschärfe $Q = f_0/\Delta f$ (vgl. DIN 1311 Teil 2).

1.9.1 Elastizität

Bei größerer Dämpfung $(10 \ge Q \ge 1)$ oder höherer Frequenz f kommen Versuche mit fortschreitenden Biegewellen längs eines Probestabes in Betracht. Die Wellenlänge soll nur im Vergleich zu den Querschnittsabmessungen des Stabes groß bleiben. Der Stab muß so lang sein, daß die an seinen Enden zurückgeworfenen Wellen in seiner Mitte dermaßen abgeklungen sind, daß keine stehenden Wellen auftreten können. Es ist zweckmäßig, das eine Stabende in einem elektromechanischen Wandler, der die Biegewellen erregt, aufzuhängen und den Emfpänger am Stab entlangzuführen. Registriert man die Amplitude des Empfangssignals mit einem logarithmischen Pegelschreiber, so bekommt man eine Gerade, deren Steigung ein Maß der Dämpfung ist. Die Biegewellenlänge λ läßt sich aus der Phasenverschiebung des Empfangssignals ermitteln. Dann ergibt sich der Dehnelastizitätsmodul für ein Probematerial von der Massendichte ϱ aus der Gleichung

 $E = 3\rho f^2 \lambda^4 / \pi^2 d^2. \tag{1.97}$

Die Anwendbarkeit dieser Gleichung ist bei hoher Frequenz und großer Dämpfung fragwürdig. Im Gegensatz zu den Dehn- und Torsionswellen sind die Biegewellen des Bernoulli-Euler-Balkens dispersiv. Nach dem geltenden Dispersionsgesetz wächst die Phasengeschwindigkeit proportional der Repetenz unbeschränkt. Die Gruppengeschwindigkeit ist demnach sogar doppelt so groß wie die Phasengeschwindigkeit. Daraus folgt beispielsweise, daß eine lokale Erregung ihre Wirkung augenblicklich über einen ganzen, unendlich langen Balken hinweg ausübt. Diese Anomalie hat ihre Ursache in der theoretischen Annahme einer unendlich großen Schersteifheit und einer vernachlässigbaren Massenträgheit der Drehung. Eine Beschränkung bezüglich des Dämpfungsverhaltens beruht auf der theoretischen Annahme, daß sich die Lösung der zugrunde liegenden partiellen Differentialgleichung durch Separation der Orts- und der Zeitabhängigkeit der erzwungenen Schwingung gewinnen läßt. Übrigens ist es bemerkenswert, daß die Differentialgleichung auch ohne Dämpfungsglied Lösungen liefert, die örtlich an- oder abklingende, sich nicht fortpflanzende Wellen mit lokal gebundener Schwingungsebene beschreiben. Weiteres s. z. B. Graff (1975).

Verwendet man gesonderte Sende- und Empfangswandler, so sind Maßnahmen gegen das störende "Übersprechen", das infolge magnetischen oder elektrischen Streuflusses entsteht, zu ergreifen: wie Kurzhalten und Abschirmen der elektrischen Zuleitungen, Kleinhalten der gegenseitigen Induktivität und Kapazität; oder man wähle Wandler von verschiedenem Typ.

Versuche mit einfacher Scherung DIN 53294 beschreibt einen Scherversuch an planparallelen Kernverbunden. Nach DIN 53290 besteht ein Kernverbund aus einem dicken, leichten Kern und zwei dünnen, steifen Deckschichten, die sich in kraftschlüssiger Verbindung mit dem Kern befinden und die Aufgabe haben, die äußere Belastung aufzunehmen und auf den Kern gleichmäßig zu übertragen. Der Scherversuch kann aber auch an quaderförmigen Probekörpern ohne Deckschichten ausgeführt werden. Man klebt den Probekörper zwischen zwei biegesteife Krafteinleitungsplatten. Diese sind mit Schneidkanten versehen, die man in den beiden Druckstempeln der Prüfmaschine einrastet. Die Abmessungen der Vorrichtung soll man so wählen, daß die Wirkungslinie der Prüfkraft in der Diagonale des Probekörpers liegt. Man rüstet die Prüfvorrichtung mit einem Längenmeßgerät aus und mißt die Parallelverschiebung v in Abhängigkeit von der Prüfkraft F. Hat der Probekörper die Dicke d, die Breite b und die Länge I, so ist der Scherelastizitätsmodul

 $G = (d/bl)F/v. \tag{1.98}$

Die Norm empfiehlt, ein Kraft-Verschiebungs-Diagramm aufzunehmen, in dem sich eine durch die Meßpunkte, aber im Falle der Nichtlinearität am Nullpunkt des Diagramms vorbeigehende Ausgleichsgerade mit der Steigung $\Delta F/\Delta v$ ermitteln läßt. Man hat dann in der obigen Formel F/v durch $\Delta F/\Delta v$ zu ersetzen.

Für Schiedsfälle schreibt die Norm vor, Schneidenplatten an die beiden freien, infolge der Scherung kippenden Enden des Probekörpers zu kleben. Allerdings rufen diese Platten in den Kanten kompressive Zwangskräfte hervor, so daß Gl. (1.98) ihren physikalischen Sinn gänzlich verliert.

Torsionsversuche Mit einigen Vorbehalten läßt sich der Scherelastizitätsmodul auch aus Torsionsversuchen bestimmen. Torsionsmessungen an dünnen kreiszylindrischen Körpern sind gewöhnlich mit erheblichen Streuungen behaftet, weil sich in geometrischer und materieller Hinsicht völlig gleichmäßige kreiszylindrische Körper schwer herstellen lassen. Deshalb zieht man bandförmige Probekörper vor, obwohl jede Abweichung von der Kreisform des Körperquerschnitts eine Querschnittsverwölbung verursacht. Allerdings kann man deren Einfluß durch gute Näherungen erfassen; siehe Gl. (1.99) und (1.100).

DIN 53447 beschreibt für Kunststoffe einen Torsionsversuch, der mit einem unaufwendigen Gerät durchgeführt wird. Zwei gleiche Gewichtsstücke hängen an dünnen Seilen, die paarweise über Rollen umgelenkt werden und über eine Antriebsrolle ein zeitlich konstantes Kraftmoment *M* auf den Probekörper übertragen. Der durch das Nachgeben derProbe entstehende Winkelausschlag α wird auf einer Kreisskala abgelesen (in Radiant gemessen). Die Probe samt Einspannjoch bringt man in einem Temperiergefäß unter. Für einen Probestab mit rechteckigem Querschnitt von der Dicke *d* und der Breite *b* (*d* \leq *b*) und mit der freien Einspannlänge *l* gilt

$$\tilde{G} = \frac{3Ml}{\alpha d^3 [b - 192\pi^{-5} d \tanh(\pi b/2d)]} \approx G.$$
(1.99)

Die Größe \tilde{G} wird in der Norm "Torsionssteifheit" genannt. Sie darf mit dem Scherelastizitätsmodul G nur dann identifiziert werden, wenn der Einfluß der Inhomogenität des Verformungsfeldes vernachlässigbar ist (s. 1.9.1.1). Beliebige Torsionsverformungen sind wegen der radialen Ortsabhängigkeit inhomogen und können lediglich in jedem inkompressiblen Körper von der Form eines vollen Kreiszylinders existieren. Deshalb ist übrigens der verbreitete Name "Torsionsmodul" statt "Scherelastizitätsmodul" nicht zu empfehlen.

Ein Torsionsschwingungsversuch ist in DIN 53445 für Kunststoffe und in DIN 53520 für Elastomere genormt. Der Probekörper soll ein Band von rechteckigem Querschnitt im Seitenverhältnis b/d (vorzugsweise etwa 10) sein. Seine Enden werden in Klemmen gehalten, deren Abstand gleich der freien Länge *l* ist. Das eine Ende ist mit einer vertikalen Drehachse verbunden. Das andere Ende trägt eine frei hängende Drehachse, an der eine horizontale Schwungscheibe samt Spiegel für die optische Anzeige ihrer Drehbewegungen befestigt ist. Das polare Massenträgheitsmoment *J* des gesamten Schwungkörpers hat man nach einem geeigneten Verfahren – z. B. durch Ändern der Schwungmasse – zu bestimmen. Durch geringes Drehen der oberen Achse regt man das Pendel zu freien Drehschwingungen möglichst kleiner Amplitude $\hat{\alpha}$ an. Der Verdrehungswinkel darf dabei etwa 2° nicht überschreiten. Es ist zweckmäßig, die Schwingungskurve auf einen lichtempfindlichen Registrierstreifen zu schreiben. Bei exakter Zentrierung müssen diese Schwingungen Sinusform haben. Ihre Frequenz *f* mag bei 0,1 bis 10 Hz liegen. Die Dämpfung ergibt sich aus dem Verhältnis aufeinanderfolgender einseitiger Amplituden $\hat{\alpha}_n$ und $\hat{\alpha}_{n+1}$ der aufgenommenen Schwingungskurve. Der

1.9.1 Elastizität

Scherelastizitätsmodul läßt sich dann aus der Gleichung

$$G = \frac{12\pi^2 J l f^2 \{1 + [\ln(\hat{\alpha}_n/\hat{\alpha}_{n+1})/2\pi]^2\}}{d^3 [b - 192\pi^{-5} d \tanh(\pi b/2d)]}$$
(1.100)

berechnen.

Durch den Einbau der Probe in eine Temperierkammer läßt sich außerdem die Temperaturabhängigkeit bestimmen, die Aufschluß über die Zustandsbereiche des Kunststoffs zu geben vermag (s. DIN 7724).

DIN 53445 gibt zu Gl. (1.95) eine universelle Korrektion an, die einen Beitrag des Schwungkörpergewichts zum Drehmoment wiedergeben soll, sich aber auf eine mangelhafte Theorie zu stützen scheint. Eine universelle Korrektion ist gar nicht möglich, da sich der fragliche Effekt nur vermöge einer nichtlinearen Materialgleichung erfassen läßt. Auch Experimente deuten auf das Vorhandensein kleiner nichtlinearer Wechselwirkungen hin, die sich bei axialer Zugbeanspruchung zumeist als "Torsionsentsteifung" und bei Torsionsbeanspruchung zumeist als "Drehversteifung" äußern.

Der störende Einfluß einer axialen Zuglast läßt sich durch eine andere Versuchsanordnung beseitigen, in der die untere Einspannklemme festsitzt, die obere mit dem Schwungkörper verbunden ist und der Schwungkörper an einem Band mit Umlenkrolle und Gegengewicht hängt. Das Richtmoment der Aufhängung ermittelt man durch eine Messung ohne Probe.

Standversuche DIN 50119 gibt Richtlinien für Standversuche. Diese Versuche sind durch ruhende mechanische Beanspruchung der Probe sowie durch konstante Temperatur gekennzeichnet. Die Grenze zwischen Kurz- und Langzeitversuch schwankt im Versuchsdauerbereich von 100 bis 1000 h. Hinsichtlich der Randbedingungen unterscheidet man folgende zwei Arten.

- Zeitstandversuche, die man ausdrucksvoller auch "Kriechversuche" nennt. Sie werden in der Praxis am häufigsten angewendet. Die allmähliche Formänderung – das "Kriechen" – der kraftschlüssig eingespannten Probe wird bei zeitlich konstanter Spannung σ gemessen und als Zeit-Dehnungs-Linie, vorzugsweise in doppelt logarithmischem Koordinatennetz, aufgezeichnet. Die Darstellung mit den Versuchszeiten t als Parameter liefert die isochronen Spannungs-Dehnungs-Linien. DIN 50118 ist die betreffende Norm für metallische Werkstoffe, DIN 53444 jene für Kunststoffe. Im Falle des Dehnversuches mit der zeitlich veränderlichen Dehnung $\varepsilon(t)$ bestimmt man den "Kriechmodul"

$$\mathbf{E}_{c}(t) = \sigma/\varepsilon(t). \tag{1.101}$$

- Entspann-(oder Spannungsrelaxations-)versuche. Sie sind etwas schwieriger durchzuführen. Man zwingt der formschlüssig gehalterten Probe eine konstante Verformung ε auf, mißt die allmähliche Abnahme (die Relaxation) der Spannung $\sigma(t)$, zeichnet diese als Zeit-Spannungs-Linie auf und verfährt im übrigen wie bei den Zeitstandversuchen. Versuche, die zum Prüfen von Kunststoffen dienen, sind in DIN 53441 genormt. Im Falle eines Dehnversuches wird der "Entspann-(oder Relaxations-) Modul"

$$E_{\rm r}(t) = \sigma(t)/\varepsilon \tag{1.102}$$

bestimmt.

Kriech- und Entspannmodul stimmen nur in der linearen Elastizitätstheorie überein. Eine krasse Verschiedenheit ist bei Kunststoffen im gummielastischen Zustand zu beobachten, während sie im Glaszustand geringer ausfällt.

153

Kriech- und Entspannversuche werden vorwiegend unter Zugbeanspruchung durchgeführt. Grundsätzlich ist aber jeder der vorher betrachteten Versuchstypen anwendbar. Beispielsweise kann man nach der schon besprochenen Norm DIN 53447 (s. 1.9.1.2 Torsionsversuche) das Torsionskriechen untersuchen.

Literatur betr. Viskoelastizität s. Retting (1972).

1.9.1.3 Bestimmen von Elastizitätsgrößenpaaren

Theoretische Beziehungen Ein elastisches Fluid ist gemäß Gl. (1.87) durch eine Skalarfunktion, ein isotrop und linear elastischer Festkörper gemäß Gl. (1.89) durch 2 voneinander unabhängige Moduln gekennzeichnet. Die zuvor beschriebenen genormten Verfahren liefern aber jeweils nur 1 unmittelbar gemessene Kenngröße (E oder G). Bei den meisten metallischen Elementen ist die Poissonzahl μ ungefähr gleich $\frac{1}{3}$, so daß aufgrund der in Tab. 1.06 angegebenen Modulverknüpfungen $K \approx E \approx 8 G/3$ gilt. Zur besseren Materialkennung ist es aber notwendig, mindestens 1 Größenpaar möglichst an derselben Probe zu messen und über zusätzliche Versuche die Modulverknüpfungen zu prüfen. Fehlerfreie Meßergebnisse, die den Modulverknüpfungen nachweislich widersprechen, darf man nicht ohne weiteres als Abweichung von der elastischen Isotropie allein deuten (s. 1.9.1.1).

Zum unmittelbaren Messen des Volumenelastizitätsmoduls K dienen Kompressionsversuche, die in 3.2.1.3 und 3.2.2.3 behandelt werden.

Kleine Meßfehler dE, dG, dK der Elastizitätsmoduln bringen systematisch die kleinen Fehler d μ der Poissonzahl gemäß den Gleichungen

$$\frac{d\mu}{\mu} = \begin{cases} \Phi_{E,G} \left(\frac{dE}{E} - \frac{dG}{G} \right), & \Phi_{E,G} = \frac{1}{\mu} + 1 \\ \Phi_{K,E} \left(\frac{dK}{K} - \frac{dE}{E} \right), & \Phi_{K,E} = \frac{1}{2\mu} - 1 \\ \Phi_{K,G} \left(\frac{dK}{K} - \frac{dG}{G} \right), & \Phi_{K,G} = \frac{1}{3} \left(\frac{1}{\mu} - 1 - 2\mu \right) \end{cases}$$
(1.103)

mit sich (s. auch Fig. 1.64). Der Fehlerfaktor Φ nimmt für $\mu > -\frac{1}{2}$ stets zu, wenn μ abnimmt. Die Berechnung von μ aus *E* und *G* kann offenbar mit dem größten Fehler behaftet sein. Deshalb werden im folgenden unmittelbare Meßverfahren für μ vorzugsweise beschrieben.

Dividiert man die Ausdrücke von Gl. (1.103) durch das Temperaturinkrement d θ , so bekommt man Beziehungen für die Temperaturkoeffizienten von μ , E, G und K. Den Modulverknüpfungen entsprechend gibt es für jedes isotrop und linear elastische Material auch nicht mehr als zwei voneinander unabhängige Temperaturkoeffizienten.



Fig. 1.64 Fehlerfaktor Φ beim Berechnen der Poissonzahl μ aus den Elastizitätsmoduln *E*, *G* und *K* **Stabdehnversuche** Die Poissonzahl läßt sich aus statischen Stabdehnversuchen (s. 1.9.1.2) durch gleichzeitiges Messen von Längsdehnung ε_1 und Querdehnung ε_2 als das Verhältnis

$$\mu = -\varepsilon_2/\varepsilon_1 \tag{1.104}$$

bestimmen. Dazu sind besonders für die kleinen Querdehnungen empfindliche Längenmeßtechniken – wie Spiegelablesungen hoher Übersetzung, optische Interferometrie oder elektrische Dehnungsmeßstreifen – erforderlich.

Für das Untersuchen der elastischen Verformung von Haarkristallen und anderer winziger Probekörper entwickelte Marsh (1961) ein besonderes optisches Dehnungsmeßgerät. Dieses arbeitet mit einem Doppelspiegelsystem, das von einem Autokollimationsfernrohr Licht empfängt und von einer Marke zwei Bilder liefert, die zusammenfallen, wenn die beiden Spiegel genau im halbrechten Winkel zueinander stehen. So kann man Längenänderungen von einigen 10⁻¹⁰ m bei konstanter Temperatur messen. Entsprechend kleine Lasten bringt man mittels einer Torsionswaage auf.

Bei Untersuchungen mit Dehnschwingungen in Resonanz kann man sich auf Messungen der Eigenfrequenz f statt Dehnungsmessungen stützen und die mit der Poissonzahl verknüpfte geometrische Dispersion der Dehnwellengeschwindigkeit in Stäben verschiedenen Schlankheitsgrades nutzen. Die Wellenlänge λ möge aber im Vergleich zum Trägheitsradius j einigermaßen groß bleiben, so daß die Näherungsgleichung

$$\frac{E}{\rho f^2} = \lambda^2 + (2\pi\mu j)^2$$
(1.105)

anwendbar ist, die aus der Rayleigh-Love-Korrektion (vgl. z. B. Graff (1975)) hervorgeht. Es sind Messungen mit verschiedenen Wellenlängen vorzunehmen. Ein Probestab der Länge *l*, der in den gleichmäßig verteilten Schwingungsknoten zwängungsfrei gehaltert wird, führt Eigenschwingungen *n*-ter Ordnung mit der Wellenlänge $\lambda = 21/n$ aus. Wegen störender Verkopplung mit Querdehnschwingungen darf die Ordnungszahl n aber nicht zu hoch sein. Verschiedene Stablängen sind durch Abschneiden von Stücken einer hinreichend langen Probe herzustellen. Bezüglich der zahlreichen technischen Möglichkeiten der Schwingungserregung und -aufnahme im Schall- und Ultraschallbereich s. Fine (1952). Die Resonanz stellt man durch Rückkopplung zwischen Erreger und Aufnehmer der Dehnschwingungen her. Die Meßwertpaare (f^{-2}, λ^2) müssen angenähert auf einer Geraden liegen (s. Fig. 1.65). Dann läßt sich die Poissonzahl μ aus dem Abschnitt – $(2\pi\mu i)^2$ auf der λ^2 -Achse und der Elastizitätsmodul E, sofern die Massendichte ρ bekannt ist, aus der Steigung ρ/E der ausgleichenden Geraden berechnen. Für ein Kreisrohr mit dem Außendurchmesser d und dem Innendurchmesser $d' (0 \le d' < d)$ gilt $j^2 = (d^2 + d'^2)/8$ und für einen Stab, dessen Querschnitt ein nicht zu sehr vom Quadrat abweichendes Rechteck mit der Diagonallänge d ist, $j^2 = d^2/12$.

Verwendet man zu kleine Wellenlängen, so verliert Gl. (1.105) ihre Gültigkeit, weil dann die nichtdispersiven, an die Körperoberfläche gebundenen Rayleighwellen (s. 1.9.1.3 Plattenwellenversuche) hervortreten. In Fig. 1.65 drücken durch den Nullpunkt gehende Geraden Dispersionsfreiheit aus. Bei noch kleineren Wellenlängen können sich auch die ebenfalls nichtdispersiven Längswellen wie im unbegrenzten elastischen Medium ausbreiten (s. 1.9.1.1 und 1.9.1.3 Wellenbrechungs- und -spiegelungsversuche).

Stabbiegeversuche Die Probe sei in der Form eines Rechteckstabes (Balkens) verfügbar. Der Querschnitt darf aber nicht zu sehr vom Quadrat abweichen, weil sonst

155



Love-Korrektion



die Querdehnungen im mittleren Bereich des Querschnitts nicht behindert werden. Um "reine" (d. h. scherungsstarre) Biegung zu erzeugen, ist eine Vierpunktbelastung (s. 1.9.1.2 Stabbiegeversuche) vorteilhaft. Im Abstand Δr von der neutralen Schicht entstehen Längsdehnungen $\varepsilon_1 = \Delta r/r_1$ und Querdehnungen $\varepsilon_2 = \Delta r/r_2$ mit r_1 und r_2 als Krümmungsradien gemäß Fig. 1.66. Durch Einsetzen dieser Ausdrücke in Gl. (1.104) bekommt man unter der Voraussetzung kleiner Dehnungen

$$\mu = r_1 / r_2. \tag{1.106}$$

Um μ zu bestimmen, hat man also die beiden Hauptkrümmungen zu messen.

Für hinreichend große Proben eignen sich dazu mechanische Krümmungsmeßgeräte, die von der Industrie angeboten werden. Um die Verformungen sichtbar zu machen, kann man Drähte als Zeiger nach Mallock in feine Bohrungen der Probe einstecken oder nach Searle an die eben bleibenden Seitenteile der Probenoberfläche befestigen. Läßt sich die Oberfläche einer Breitseite des Probestabes optisch plan polieren oder verspiegeln, so sind mit Vorteil verschiedene optische Techniken anwendbar. Beispielsweise macht man nur die Ecken eines auf der Probenoberfläche abgesteckten Quadrates spiegelnd und potographiert deren Verschiebungen, die durch die Belastungen entstehen, mit einer Kamera über ein Autokollimationsfernrohr. Beim Autokollimationsverfahren können die Abmessungen der Meßapparatur verhältnismäßig klein bleiben. Falls es darauf nicht ankommt, läßt sich das Gauß-Poggendorffsche Verfahren in zwei Abarten einsetzen: ein Bildwerfer erzeugt ein Rasterbild der verspiegelten Probe auf einem Schirm, oder eine Rasterfläche wird über die verspiegelte Probe abgebildet und photographiert.

Rein optisch ist das Interferenzverfahren nach Cornu. Der Probekörper wird so gebogen, daß die größte Krümmung seiner Mitte nach oben weist. Man legt auf die in diesem Teil völlig spiegelglatt gemachte Oberfläche eine planparallele Glasplatte und nimmt durch senkrechtes Beleuchten mit monochromatischem Licht oder durch Laserholographie ein optisches Interferogramm (s. Fig. 1.67) auf, das die Höhenlinien der sattelförmigen Verwölbung darstellt. Diese bilden Hyperbeln, deren Asymptoten unter der Voraussetzung, daß die Oberfläche ursprünglich eben war, den für $\mu > 0$ spitzen Winkel 2 arctan $\sqrt{\mu}$ einschließen. Demnach ergibt das in Fig. 1.67 gezeigte Beispiel $\mu = 0.275.$

Leicht ausführbare Biegeschwingungsversuche sind genormt (s. 1.9.1.2), aber nur zum Bestimmen eines einzigen Elastizitätsmoduls. Bei gehobenen Ansprüchen hat sich ein Meßprogramm unter Hinzuziehung von Versuchen mit Dehn- und Torsionsschwingungen an demselben Probekörper bewährt (vgl. Spinner, Reichard u. Tefft (1960), Spinner u. Tefft (1961)). Verfahren, bei denen zwei Versuchsarten an demselben Probekörper gleichzeitig stattfinden, werden im folgenden betrachtet.



Fig. 1.67 Optisches Interferogramm der Sattelfläche von Fig. 1.66

Gleichzeitige Stabbiege- und -torsionsversuche Nach einem Verfahren, das vermutlich auf eine Idee von Gauß zurückgeht, aber erst von Kirchhoff ausgeführt wurde und sich insbesondere für Untersuchungen bei höheren Temperaturen bewährt hat (vgl. Bell (1973)), werden in der ursprünglichen Form gemäß Fig. 1.68 an jedem Ende eines in der Mitte C waagerecht gehaltenen gleichförmigen Probestabes ein waagerechter Spiegel S bzw. S' sowie ein gleichlanger doppelter Lastarm AB bzw. A'B' rechtwinklig zum Probestab und parallel zur Spiegelebene befestigt. Man beansprucht den Probestab gleichzeitig auf Biegung und Torsion, indem man in den Punkten A und A' sowie zur Kontrolle nochmals in den Punkten B und B' gleiche Lasten anbringt. Störende Schwingungen des Systems bedämpft man mit Öltöpfen. Infolge der Belastung verschieben sich die beiden mit Autokollimationsfernrohren zu beobachtenden Lichtzeiger zuerst in die Richtungen D und D', dann in die Richtungen E und E'. Weder auf die Beträge der Verschiebungen noch auf den Betrag der Last kommt es an, sofern diese hinreichend klein bleiben. Bezeichnet man die Längsstrecke AB' oder BA' mit /, die Querstrecke AB oder A'B' mit q, den Winkel, über den die Probestabenden durch die Biegung miteinander verdreht werden, mit $\alpha_{\rm B}$, den entsprechenden durch die Torsion bewirkten Verdrehungswinkel mit α_{T} , das Biegeträgheitsmoment mit J_{B} und das Torsionsträgheitsmoment mit J_{T} , so ergibt sich die Poissonzahl bei kleinen Verformungen aus der Gleichung

$$\mu = \frac{IJ_{\rm T}\alpha_{\rm T}}{4gJ_{\rm B}\alpha_{\rm B}} - 1. \tag{1.107}$$

Dieselbe Gleichung besteht für α' statt α . Um zufällige Asymmetrien auszugleichen, empfiehlt es sich, Mittelwerte zu bilden. Ist der Probestab ein voller kreiszylindrischer Körper oder ein dickwandiges Rohr, so gilt $J_T/J_B = 2$. Bei rechteckigem Stabquerschnitt mit den Seitenlängen d und b ($d \le b$) gilt in guter Näherung

$$J_{\rm T}/J_{\rm B} = 4\Gamma[1 - 192\pi^{-5}(d/b)\tanh{(\pi b/2d)}].$$
(1.108)

Hier ist im Falle breitseitiger Biegung $\Gamma = 1$ und im Falle schmalseitiger Biegung $\Gamma = (d/b)^2 \leq 1$ zu setzen.

157

158 1.9 Mechanische Größen verformbarer Körper



Fig. 1.68 Gauß-Kirchhoff-Experiment zum Messen der Poissonzahl



Als gleichzeitige Torsion und reine Biegung ist auch die Verformung einer Wendelfeder zu betrachten. Durch Wickeln eines als langer Stab (Draht) vorhandenen bildsamen Probematerials über einen Dorn läßt sich eine gleichförmige zylindrische Wendelfeder herstellen. Die Zahl N der wirksamen Windungen muß man groß genug wählen, um die von den Federenden verursachten Unsicherheiten auszuschalten. Die Wendelfeder habe unverformt die natürliche Länge L_0 (das N-fache einer Ganghöhe im natürlichen Zustand) und den mittleren Durchmesser D_0 (s. Fig. 1.69). Eine torsionsmomentfreie axiale Last F, die man durch Anhängen eines Gewichtes erzeugen kann, bewirkt bei kleinen inneren Verformungen eine ziemlich große Längenänderung $L - L_0$ sowie eine Drehung über den Winkel α , der mittels einer an dem freien Federende befestigten Drehscheibe gemessen werden kann. Unter der Annahme, daß sich die wirksame Länge der mittleren Stabfaser unter Torsion und reiner Biegung in der linearen Näherung nicht ändert, ist die Steigung der Wendelfeder

$$\Omega = L/\sqrt{(N\pi D_0)^2 + L_0^2 - L^2}.$$
(1.109)

Der Federstab habe einen kreisförmigen Querschnitt vom Durchmesser d. Dann bekommt man bei nicht zu großen inneren Verformungen

$$\iota = \frac{1 + \Omega^2}{[2(L - L_0)/D\alpha]\Omega - 1}$$
(1.110)

und

$$G = \frac{16ND^3 F \sqrt{1 + \Omega^2}}{d^4 [2(L - L_0) + D\alpha\Omega]}$$
(1.111)

$$E = \frac{32ND^3F\sqrt{1+\Omega^2}}{d^4[2(L-L_0) - (D\alpha/\Omega)]}$$
(1.112)

mit $D \approx D_0$. Die größte Meßgenauigkeit erzielt man für μ mit Werten der Steigung $\Omega \approx D \alpha/(L-L_0)$ und für G mit etwa halb so großen Steigungswerten.

Die Wendelfeder läßt sich auch unter Vorgabe des axialen Torsionsmoments statt der axialen Last untersuchen. Obwohl der Berechnung die lineare Elastizitätstheorie zugrunde liegt, gehorchen die sich ergebenden äußeren Verformungen der Wendelfeder aus geometrischen Gründen in keinem Falle dem linearen (Hookeschen) Gesetz (vgl. Andreeva (1966)).

L.9.1 Elastisitä



Ferner kann man ein Wendelfederpendel für Elastizitätsmessungen nach dem Resonanzverfahren benutzen. Das Auswerten ist jedoch etwas umständlich.

Kugelresonanzversuche Kleine Probekörper von genauer Kugelform lassen sich ziemlich leicht nach der Methode der zufällig verteilten Schleifvorgänge herstellen, indem zuerst eine Ecke eines anfangs genau würfelförmigen Rohlings ein bißchen abgestumpft und dieser Vorgang an irgendeiner Ecke des entstandenen Polyeders unzählige Male wiederholt wird. Dafür haben sich zwei verschiedene Techniken bewährt. In einem Schleudertopf mit Preßluft- oder Motorantrieb läßt sich die Unrundheit schon auf 1 mm/m und mittels der in der Edelsteinschleiferei üblichen Paare gegenläufiger Läppröhren oder -scheiben sogar auf 0,1 mm/m vermindern (vgl. Schreiber u. a. (1973)). Es bleibt dann noch der Durchmesser *d* der fertigen Probekugel mit entsprechender Genauigkeit zu messen.

Zum Messen von Elastizitätsgrößen sowie deren Temperatur- und Druckabhängigkeiten an Probekugeln mit $d \approx 1$ bis 10 mm eignet sich das Resonanzverfahren im Frequenzbereich von 10⁵ bis 10⁷ Hz (vgl. Fraser u. LeCraw (1964), Schreiber u. a. (1973)). Der Frequenzgenerator soll auf 1 Hz fein abstimmbar und stabil sein. Die elektronische Hochfrequenzschwingung wird - periodisch ein- und ausgeschaltet - einem elektromechanischen Wandler zugeführt, der die Probe trägt und durch Haftreibung zum Mitschwingen veranlaßt, wenn die Frequenz des gewobbelten Senders in der Nähe einer Eigenfrequenz der Probekugel liegt. Während der Schaltpausen empfängt der Wandler die Schwingungen, die sich - von der als vernachlässigbar vorauszusetzenden Rückwirkung des Wandlers abgesehen - unter mechanischer Spannungsfreiheit an der Kugeloberfläche ergeben und im wesentlichen nach Maßgabe der Dämpfung des Probematerials abklingen. Die Signale beobachtet man auf dem Bildschirm eines Elektronenstrahloszillographen. Statt des einendigen Betriebes kann man auch zwei Wandler - den einen als Erreger, den anderen als Aufnehmer - in antipodischer Anordnung verwenden. Es ist zweckmäßig, mit einem Koordinatenschreiber ein akustisches Spektogramm anzufertigen, das auch die Resonanzschärfen der betreffenden Eigenschwingungsmodi auszuweisen vermag.

Torsionsschwingungen, die durch tangentiale Berührung der Probekugel mit einem piezoelektrischen Scherwandler erregt werden, bestehen aus reinen Quer-(Scher-)wellen, bei denen keine radialen Verschiebungen stattfinden, und eignen sich daher zum Bestimmen der Querwellengeschwindigkeit c_t und damit des Scherelastizitätsmoduls aus der Gleichung $G = \rho c_t^2$. Bedeutet f_{iTn} die gemessene Eigenfrequenz der *n*-ten Harmonischen des *i*-ten Torsionsschwingungsmodus (mit *i* – 1 als Anzahl der konzentrischen kugelförmigen Knotenflächen der Azimutalverschiebung), so bekommt man

$$c_{\rm t} = \pi df_{iTn} / v_{iTn} \tag{1.113}$$

mit

$$v_{1T2} \approx 2,5011, v_{1T3} \approx 3,8647, v_{1T4} \approx 5,0946, v_{2T1} \approx 5,7635, v_{1T5} \approx 6,2658, v_{3T2} \approx 7,1360, v_{1T5} \approx 7,4036, \dots$$

vgl. Satô u. Usami (1962), Schreiber u. a. (1973), Eringen u. Şuhubi (1975).

Es ist günstig, viele Eigenfrequenzen f_{iTn} zur Verfügung zu haben, um die unvermeidlich gemeinsam auftretenden Eigenfrequenzen, die nicht zu Torsionsschwingungen gehören, erkennen zu können. Zwischen den aus verschiedenen Torsionsschwingungsmodi $_iT_n$ gewonnenen Ergebnissen muß man Abweichungen von der Größenordnung 10⁻⁴ in der Regel hinnehmen. Geht die Form des Probekörpers in ein Sphäroid über, so spalten sich die Eigenfrequenzen (*i*+1)-fach auf. Die Eigenfrequenzen eines Sphäroids unterscheiden sich aber bei den $_1T_n$ -Modi nur sehr wenig von der

159

Eigenfrequenz f_{1Tn} einer Kugel, deren Durchmesser gleich dem mittleren Durchmesser des Sphäroids ist.

Um die übrigen Elastizitätsgrößen zu bestimmen, muß man die Probekugel mit einem Dickenschwinger zu Sphäroidschwingungen der Modi_iS_n erregen. In Fig. 1.70 ist die Poissonzahl μ als Funktion der durch

$$v_{iTn} = \pi df_{iTn}/c_t, \quad v_{iSn} = \pi df_{iSn}/c_t$$
 (1.114)

definierten normierten Eigenfrequenzen ν sowohl der Torsionsschwingungen – durch gestrichelte Geraden – als auch der Sphäroidschwingungen – durch ausgezogene Kurven – dargestellt (vgl. Fraser u. LeCraw (1964), Schreiber u. a. (1973)). Man normiert das gemessene Frequenzspektrum entsprechend Gl. (1.114) vermöge der bekannten Größen d und c_t . Nun sucht man die normierten Frequenzwerte des gemessenen Spektrums mit den Frequenzwerten, die sich durch Schneiden der Graphen vonFig. 1.70 mit einer Geraden μ = const ergeben, zur Deckung zu bringen. Der Wert μ , bei dem dies gelingt, ist dann die Poissonzahl des Probematerials. Die Meßunsicherheit hat die gleiche Größenordnung wie die des Frequenzverhältnisses, nämlich 10^{-4} .





Man beachte, daß die Reihenfolge der Eigenfrequenzen einiger $_iS_n$ -Modi stark von μ abhängt. Darin liegt aber die hohe Empfindlichkeit dieser Resonanzmeßmethode. Beim Identifizieren der Modi kann man auch deren eigentümliche Resonanzschärfen berücksichtigen. Doch wird das Spektrum mit zunehmender Frequenz verwickelt und unübersichtlich. Übrigens treten Rayleighsche Oberflächenwellen (s. 1.9.1.3 Plattenwellenversuche) in Erscheinung, wenn die Wellenlänge klein im Vergleich zum Kugeldurchmesser wird.

Wellenlaufversuche Vermöge der Unterschiede zwischen den Dehnwellengeschwindigkeiten c_{St} in einem dünnen Stab, c_{Pl} in einer dünnen Platte und der Längswellengeschwindigkeit c_1 in einem Klotz, der als nahezu unbegrenzter Körper gelten darf (s. 1.9.1.1), läßt sich die Poissonzahl mit Hilfe der Gleichungen

$$\mu = \sqrt{1 - (c_{\rm st}/c_{\rm Pl})^2} \tag{1.115}$$

und
$$\mu = \frac{1}{4} \left[1 - \left(\frac{c_{\text{St}}}{c_1} \right)^2 \right] \left(\sqrt{\frac{9c_1^2 - c_{\text{St}}^2}{c_1^2 - c_{\text{St}}^2}} - 1 \right)$$
 (1.116)

bestimmen. Liegt der Wert μ sehr nahe bei $\frac{1}{2}$, so kann man statt Gl. (1.116) auch die Näherung

$$\mu \approx \frac{1}{2} \left[1 - (c_{\rm St}^2/3c_{\rm f}^2) \right] \tag{1.117}$$

benutzen. Zum Beispiel bekommt man für Gummi mit $c_1/c_{st} = 40$ den Wert $\mu = 0.49990$. Bezüglich der Schallgeschwindigkeitsmessung s. 1.9.1.4, insbesondere Phasenmeßverfahren.

Bei porösen Gesteinen und anderen lockeren Bodenmaterialien sowie bei rissigen Werkstoffen fallen die Meßwerte sowohl der Poissonzahl als auch der Elastizitätsmoduln verhältnismäßig klein und schlecht wiederholbar aus. Dies läßt sich dadurch erklären, daß einer Stauchung zunächst eine Verdichtung des Materials beziehungsweise einer Streckung eine Porenbildung oder Rißaufweitung folgt. In der geophysikalischen Forschung sind daher Untersuchungen "in situ" oft zweckmäßiger als Untersuchungen von Bohrkernen im Laboratorium. Grundsätzlich schickt man Ultraschallimpulse unter Verwendung einer gleichförmigen dünnen Kopplungsschicht aus einem hochviskosen oder plastischen Material in den Probekörper und mißt die Impulslaufzeiten nach einem der in 1.9.1.4 erklärten Impulsdurchlauf- oder Impulsechoverfahren. Der Auswertung dienen Gl. (1.90) bis (1.92). Man kann diese Verfahren auf alle Probematerialien anwenden, die in einem großen Volumen vorliegen und dispersionsfrei sind. Sonst würde sich eine andere Fortpflanzungsgeschwindigkeit ergeben und das Impulsprofil unscharf werden.

An kleinen, vorzugsweise plattenförmigen Probekörpern lassen sich für die Materialkennung wichtige Stoßwellenversuche mittels besonderer Techniken ausführen, z. B. mit einem geschlitzten Hopkinsonstab, der als Stoßübertrager dient. In dem Schlitz, der den Stab quer in zwei Hälften teilt, ist der Probekörper formschlüssig eingebaut. Auf der Oberfläche beider Stabhälften sind Dehnungsmeßstreifen zum Aufspüren des fortlaufenden Impulses aufgeklebt. Ein aufprallender Schlagstab erzeugt - je nach Art der gewählten Stoßübertragung - eine eindimensionale Druck-, Zug- oder Torsionswelle mit hohen Dehngeschwindigkeiten (etwa 10² bis 10⁴ m/sm).

Sind der Schlag- und der Stoßstab aus gleichem Material und von gleichem Querschnitt, so darf man angenähert einen Rechteckimpuls erwarten, der etwa zweimal so lang ist wie der Schlagstab. Um Überschwingungen zu vermeiden, die durch Verkanten entstehen, bildet man die Stoßflächen schwach gewölbt aus. Als Treibmittel hat sich Preßluft bewährt. Das Verwenden von Sprengstoffen ist bedenklich, weil die chemische Zersetzung einen Stoß intensiver elektromagnetischer Strahlung auslöst, die in der Nähe stehende elektronische Geräte beeinträchtigen kann.

Wellenbrechungs- und -spiegelungsversuche Unter der Voraussetzung, daß die Abmessungen des Probekörpers groß im Vergleich zur Schallwellenlänge sind, gelten die Gesetze der geometrischen Akustik. Nach einem auf diesen Gesetzen beruhenden Durchstrahlungsverfahren schickt man durch eine planparallele Probeplatte, die sich in einem Flüssigkeitsbad befindet, eine ebene Ultraschallwelle, deren Fortpflanzungsgeschwindigkeit in der Flüssigkeit c_F sei. Der isotrop und linear elastische Festkörper bewirkt eine Doppelbrechung in eine Quer- und eine Längswelle, deren Fortpflanzungsgeschwindigkeiten c_1 bzw. c_1 durch Gl. (1.90) gegeben sind. Man vergrößert den Einstrahlungswinkel durch Schwenken der Platte, bis zuerst bei der Querund dann bei der Längswelle Totalreflexion eintritt, also die Schallstärke hinter der Platte null wird. Für die betreffenden Einstrahlungswinkel ψ_1 und ψ_1 gilt

 $c_{\rm t} = c_{\rm F}/\sin\psi_{\rm t}, \qquad c_{\rm l} = c_{\rm F}/\sin\psi_{\rm l}.$ (1.118)

Durch Einsetzen dieser Ausdrücke in Gl. (1.87) bekommt man

$$\mu = \frac{(\sin\psi_t)^2 - 2(\sin\psi_1)^2}{2(\sin\psi_t)^2 - 2(\sin\psi_1)^2}.$$
(1.119)

Außerdem kann man vermöge Gl. (1.118) aus Gl. (1.90) und (1.91) die Elastizitätsmoduln bestimmen, wenn man die Größe $c_{\rm F}$ gemäß Gl. (1.88) und die Massendichte ρ kennt. Nach einem anderen Verfahren erzeugt man an einem ebenen Oberflächenstück eines Probekörpers, der im übrigen beliebige Form haben kann, beispielsweise durch einen Funkenknall oder durch einen Laserimpuls eine Stoßwelle, die sich in dem festen Probekörper und im Flüssigkeitsbad mit verschiedenen Geschwindigkeiten halbkugelförmig ausbreitet; s. Fig. 1.71. Die Phononen, die im Festkörper als Längs- und als Querwelle schneller sind als in der Flüssigkeit, treten, wenn sie die Körperoberfläche streifen, wegen Totalreflexion zum Teil in die Flüssigkeit über und bilden dort Kopfwellen, die man in solchen Fällen auch Mintropwellen nennt. Die geradlinigen Profile der Kopfwellenfronten schließen mit der Probenoberfläche die konstanten Austrahlungswinkel ψ_t und ψ_1 ein. Sie lassen sich nach dem Toeplerschen Schlierenverfahren durch Beleuchtung mit einer scharf berandeten Lichtblitzstrecke sichtbar machen, photographieren oder filmen (vgl. Baule u. Müller (1956)). Die gefundenen Meßwerte von ψ_1 und ψ_1 hat man in Gl. (1.118) und (1.119) einzusetzen, um wie zuvor die Elastizitätsgrößen zu berechnen.

An der Grenzfläche zwischen Festkörper und Flüssigkeit entstehen zugleich Oberflächenwellen, die man Brechowskichwellen nennt. Diese pflanzen sich in der Festkörperoberfläche langsamer fort als die Querwellen im unbegrenzten Körper. Die kleinste Fortpflanzungsgeschwindigkeit haben Oberflächenwellen, wenn der Schallwiderstand des angrenzenden elastischen Fluids verschwindet. (Dieser Sondertyp von Oberflächenwellen - die sogenannten Rayleighwellen - wird nachher betrachtet.) Die Brechowskichwellen werden durch Abstrahlung in die angrenzende Flüssigkeit um so stärker weggedämpft, je weniger sich die Schallwiderstände von Flüssigkeit und Festkörper unterscheiden (vgl. Viktorov (1967), Demer u. Fentnor (1971)).



Fig. 1.71 Schlierenbild von Mintropwellen



Plattenwellenversuche, insbesondere mit Lichtbeugung Akustooptische Effekte (vgl. Stegemann (1981)) bieten ein hervorragendes Mittel, eine hochfrequent schwingende Probeplatte - sozusagen eine Ultraschallsäule - vermöge der Streuung hochenergetischer Quanten (Photonen des durchgehenden Lichtes) an niederenergetischen Quanten (den Phononen der Ultraschallsäule) zu sondieren. Die Quantenverstärkung der Streuprozesse ist gleich dem Verhältnis der Frequenz der Photonen (zwischen 10¹⁴ und 10¹⁵ Hz bei sichtbarem Licht) zu der Frequenz der Phononen (bis 10¹⁰ Hz). Die optische Sonde vernichtet oder erzeugt demnach nur sehr wenig Phononen.

1.9.1 Elastizität

Die räumlich periodische Verteilung der Phononendichte in einer akustischen Säule ist von einer entsprechenden Verteilung der Dielektrizitätsgrößen begleitet und kann daher gleichsam als ein Phasengitter für Fraunhofersche Lichtbeugung dienen. Als primäre Ursache der Lichtbeugung sind aber nicht – wie man aus Beobachtungen an elastischen Fluiden allein zu schließen geneigt sein könnte – die örtlichen Änderungen der Massendichte anzuschen; denn auch Querwellen, die bloß aus isochoren Bewegungen bestehen, beugen das Licht ebenfalls.

Das akustische Medium wird als isotrop und homogen vorausgesetzt. Bei großer Wellenlänge λ des Ultraschalls und kleiner Dicke d der Ultraschallsäule – d. h. im sogenannten Raman-Nath-Gebiet – sind Mehrfachstreuungen von Photonen der ursprünglichen Wellenlänge Λ wahrscheinlich. Ist hingegen $\lambda^2/d < \Lambda$, so spricht man vom Bragg-Gebiet. In diesem herrschen Einfachstreuungen vor, die wegen Impulserhaltung die Bedingung sin $\Psi = \Lambda/2\lambda$ mit Ψ als dem sogenannten Braggwinkel erfüllen; s. Fig. 1.72 (der Übersichtlichkeit wegen ist hier die Lichtbrechung an den Grenzflächen zwischen Probekörper und Luft nicht gezeichnet). Die Gleichheit von Ein- und Ausstrahlungswinkel – ein symmetrischer Strahlengang – entspricht dem anzustrebenden Fall maximalen Beugungswinkels 2Ψ . Aus der Braggschen Bedingung folgt für die Wellenlänge des lichtbeugenden Ultraschalls die obere Grenze $\Lambda/2$.

Eine fortschreitende akustische Welle erzeugt unter der Braggschen Bedingung nur ein einseitiges Beugungsbild erster Ordnung, eine stehende – d.h. einem Paar einander entgegenlaufender gleichphasiger Wellen äquivalente – Welle jedoch ein beidseitiges Beugungsbild. Im Raman-Nath-Gebiet kommen Beugungsbilder höherer Ordnungen hinzu. Ihre Identifizierung kann Mühe bereiten, wenn mehrere akustische Wellen mit verschiedenen Geschwindigkeiten gleichzeitig auftreten.

Nach einem von Szymanowski angegebenen Verfahren erregt man mit einem elektroakustischen Wandler in einer elastooptisch isotropen Probe von der Form einer dicken Platte ebene Wellen in Resonanz. Die Wellenlänge soll klein im Vergleich zu den Abmessungen des Probekörpers sein, also im Ultraschallbereich liegen. Die Probe muß wenigstens in einem Spektralbereich lichtdurchlässig sein. Mittels eines Lichtbündels. das von einer Ouelle hoher Leuchtdichte des erforderlichen Spektralbereichs - z. B. von einer Bogenlampe mit vorgesetztem Monochromator oder von einem Laser - kommt und zwecks möglichster Erfüllung der Braggschen Bedingung durch eine Sammellinse schwach konvergent gemacht wird, bildet man einen in der Breite verstellbaren Spalt auf einem Schirm oder einer Mattscheibe ab. Die Spaltbreite muß kleiner als die Schallwellenlänge sein. Hinter die Sammellinse stellt man die Probenplatte senkrecht zum Strahlengang. Es kann vorteilhaft sein, ein Paar Strichpolarisatoren einzufügen, das in Kreuzstellung das Hauptlicht tilgt, aber das frequenzverschobene gebeugte Licht durchläßt. Bei bescheidenen Ansprüchen mag eine gerade Glühwendel einer Niederspannungslampe mit einem Farbfiltervorsatz die Aufgabe von Lichtquelle und Spaltblende übernehmen; s. Fig. 1.73. Das von den Längswellen der Ultraschallsäule erzeugte Beugungsbild erster Ordnung habe auf dem Schirm den Abstand y₁ vom Hauptbild, das entsprechende von den Ouerwellen erzeugte Bild den – mehr als $\sqrt{2}$ fach größeren – Abstand y_1 . Man braucht nur das Verhältnis y_1/y_1 in einem Mikroskop mit Okularmikrometer zu bestimmen. Die Poissonzahl läßt sich dann aus der Gleichung

$$\mu = \frac{y_t^2 - 2y_1^2}{2y_t^2 - 2y_1^2},\tag{1.120}$$

die sich aus der Braggschen Bedingung ergibt, berechnen. Ferner kann man den Scherelastizitätsmodul aus der sich auf derselben Grundlage ergebenden Gleichung

$$G = \rho (f \Lambda a / y_t)^2 \tag{1.121}$$

163

bestimmen, wenn man die Massendichte ρ des Probekörpers, die Ultraschallfrequenz *f*, die Lichtwellenlänge Λ sowie den Abstand zwischen Ultraschallsäule und Schirm kennt. In Gl. (1.121) wird $a \gg y_t - d$. h. Kleinheit der Beugungswinkel – vorausgesetzt.





Die Ultraschallwellen müssen im Probekörper nicht stehend sein. Wegen der Kleinheit ihrer Geschwindigkeit im Vergleich zur Lichtgeschwindigkeit ist in Gl. (1.121) die auf dem Dopplereffekt beruhende Änderung der Lichtwellenlänge Λ durch eine fortschreitende akustische Welle vernachlässigbar. Das beschriebene Verfahren läßt sich leicht und schnell ausführen. Es eignet sich vor allem für Reihenmessungen der Elastizitätsgrößen von Gläsern und auch der Volumenelastizität durchsichtiger Flüssigkeiten (s. 2.10.3).

Nimmt man – entsprechend der Schaefer-Bergmannschen Methode – statt des Spaltes eine Lochblende oder eine starke Punktlichtquelle, so ordnen sich die Interferenzpunkte auf Ringen an, deren Mittellinien im Falle der Isotropie des Probekörpers zwei konzentrische Kreise darstellen. Der innere Kreis, dessen Radius mit y_1 bezeichnet werde, stammt von der Längsschwingung, und der äußere, dessen Radius mit y_t bezeichnet werde, von der Querschwingung. Auf die Form des Probekörpers kommt es nicht an. Die Poissonzahl μ berechnet man wieder aus Gl.(1.120).

Bei lichtundurchlässigen Festkörpern kann man das Licht benutzen, das an einer glatten und schmutzfreien Oberfläche des schwingenden Probekörpers gespiegelt und gebeugt wird. Während die räumlichen Längs- und Querwellen in Oberflächennähe ihre Eigenart ändern, treten dort besondere Oberflächen wellen in Erscheinung.

Oberflächenwellen, die sich nahe der freien Grenzebene eines elastischen Halbraumes ausbreiten, heißen Rayleighwellen (in engerem Sinne). Sie haben wegen ihrer nur zweidimensionalen Ausbreitung eine größere geometrisch bedingte Reichweite als räumliche Wellen. Im isotrop elastischen Körper enthält jede Rayleighwelle eine Querkomponente, deren Schwingungsrichtung senkrecht zur Ausbreitungsebene liegt, und eine Längskomponente. Beide Komponenten pflanzen sich mit der gleichen Geschwindigkeit c_R ohne Dispersion fort. c_R ist also – wie die anderen Wellengeschwindigkeiten c_t und c_l – eine Materialkonstante und erschöpfend für die vollständige Kennung des betreffenden Materials im natürlichen Zustand. Es gilt $c_R < c_l < c_l$. Die Oberflächenwellengeschwindigkeit ist auf erhabenen Zylinderflächen größer als c_R , auf hohlen Zylinderflächen kleiner als c_R und in diesem Fall wegen der einwärts gerichteten Abstrahlung gedämpft. Krümmungen, deren Radius kleiner als die Rayleighwellenlänge λ_R sind, bewirken Reflexionen und Streuungen. Weiteres s. z. B. Viktorov (1967), Eringen u. Şuhubi (1975), Graff (1975).

Die "Eindringtiefe" einer Rayleighwelle liegt in der Größenordnung der Wellenlänge $\lambda_R = c_R/f$ und ist mit der Dicke *d* der akustischen Säule zu vergleichen. Aufgrund der vorstehenden Erläuterungen fällt daher die Lichtbeugung für $\lambda_R > \Lambda$ in das Raman-Nath-Gebiet.

Zum Messen der Rayleighwellengeschwindigkeit c_R kann man eine optische Vorrichtung gemäß Fig. 1.74 verwenden. Man braucht monochromatisches Licht einer starken

1.9.1 Elastizität

Punktlichtquelle, z. B. eines Lasers. Das kollimierte Licht wird durch eine Linse kurzer Brennweite gesammelt, durch eine zweite Sammellinse sehr schwach konvergent gemacht und unter einem vorzugsweise kleinen Winkel ω an der Probenoberfläche gespiegelt. Dabei beugt eine Rayleighwelle das reflektierte Licht. Auf einem Schirm, der sich in einer großen Entfernung *a* von der Probenoberfläche befindet, beobachtet man Beugungsbilder. Der Abstand der Beugungsbilder *n*-ter Ordnung vom Hauptbild sei y_{Rn} . Dann bekommt man mit der Ultraschallfrequenz *f* und der Lichtwellenlänge Λ bei kleinen Beugungswinkeln

$$c_{\rm R} = nf \Lambda a / y_{\rm Rn} \cos \omega. \tag{1.122}$$

Diese Versuche informieren über den linear und isotrop elastischen Zustand eines homogenen Probekörpers nur zur Hälfte. Hat man auch c_t auf irgendeine Weise – z. B. aus G und ρ – bestimmt, so kann man die Poissonzahl aus der Gleichung

$$u = 1 - \frac{8c_{\rm t}^4(c_{\rm t}^2 - c_{\rm R}^2)}{(8c_{\rm t}^4 - 8c_{\rm t}^2c_{\rm R}^2 + c_{\rm R}^4)c_{\rm R}^2}$$
(1.123)

berechnen.



Fig. 1.74

Gespiegelte Lichtbeugung erster Ordnung durch Rayleighwellen

Übrigens läßt sich eine Ultraschallfrequenz f auch auf optischem Wege bestimmen, da eine fortschreitende Welle dieser Frequenz aufgrund des Dopplereffektes die Frequenz des gebeugten Lichtes um f additiv oder subtraktiv – je nach ihrer Fortschreitungsrichtung – verschiebt. Für die Spektralanalyse des gebeugten Lichtes verschiedener Ordnung eignet sich ein Perot-Fabry-Interferometer als ein optisches Frequenzfilter hoher Empfindlichkeit (s. 6.3.1.4). Die Schwebungsfrequenz 2f bekommt man aus einer stehenden Ultraschallwelle mittels eines Photodetektors mit linearer Kennlinie oder aus einer fortschreitenden Ultraschallwelle – durch Mischen gebeugten und direkten Lichtes – mittels eines Photodetektors mit quadratischer Kennlinie (vgl. Stegeman (1981)).

Eine hochempfindliche Ortungsmethode mit photoelektrischer Strahlspaltung zum Sondieren eines Schallfeldes unter Verwendung einer elektronischen Superheterodyntechnik hat Engan (1978) angegeben. Die Intensität der Lichtsonde wird mit der Ultraschallfrequenz elektrooptisch moduliert. Ein Paar dicht nebeneinander angeordneter Photodioden nimmt das Lichtsignal zweispurig in der Weise auf, daß die Differenz der Photodiodenströme der Lichtbeugung proportional ist. Außerdem wird die Summe der beiden Photodiodenströme verwertet. Der Quotient aus der Differenz dividiert durch die Summe liefert ein Maß der Schallamplitude, unabhängig von der örtlichen Schwankung des akustooptischen Effekts. Die Phase einer stehenden Schallwelle nimmt man auf, indem man die Lichtsonde über den Probekörper hinwegführt. Mit den

165

Schallfeldgrößen kennt man zugleich die Verteilung des linear und isotrop elastischen Zustandes über die Probenoberfläche.

Falls der Probekörper eine im Vergleich zur Rayleighwellenlänge nicht sehr dicke oder gar dünne Platte mit freien Oberflächen ist, hat man es weder mit räumlichen Wellen noch mit Rayleighwellen, sondern mit Lambschen Plattenwellen, die man kurz Lambwellen nennt, zu tun (vgl. Viktorov (1967), Demer u. Fentnor (1971)). Man unterscheidet symmetrische Lambwellen (Plattendehnwellen), bei denen die Oberflächen gegenphasig schwingen, und antisymmetrische Lambwellen (Plattenbiegewellen), bei denen die Oberflächen gleichphasig schwingen. Beide Arten treten in vielen Modi mit eigenartiger Dispersion auf. Die Erscheinungen sind verwickelt, lassen sich aber dazu nutzen, die Elastizitätsgrößen vollständig aus Beobachtungen an Oberflächenwellen desselben Probekörpers zu bestimmen. Die Auswertung fußt auf Lösungen transzendenter Gleichungen, die man der Literatur entnehme.



Fig. 1.75 Verstellbarer Keilschallkopf für Oberflächenwellen



Das Erzeugen und Aufnehmen von Ravleigh- und Lambwellen möglichst reiner Art erreicht man durch besondere Vorrichtungen für die Kopplung an den Probekörper. Als Kopplungsmittel für einen Kolbenschwinger (z. B. X-Schnitt-Quarz) eignet sich ein Keil aus einem dämpfungsarmen Material (zumeist Kunststoff), in dem die Längswellengeschwindigkeit – gemäß der Koinzidenzbedingung – gleich $c_{\rm R} \sin \gamma$ ist, wenn γ den passend zu wählenden Keilwinkel bedeutet; s. Fig. 1.75. Ein entsprechender Kopplungskeil für einen anzukittenden Scherschwinger (z. B. Y-Schnitt-Quarz) kann wegen der kleineren Geschwindigkeit der Querwellen aus Metall sein. Als Kopplungsmittel für Kolben- oder Dickenschwinger mag auch ein Metallkamm dienen, dessen Zähne einen periodischen Abstand gleich $\lambda_{\rm R}$ haben; s. Fig. 1.76. Ferner gibt es die Möglichkeit, auf den Probekörper eine piezoelektrische Schicht (z. B. aus Cadmiumsulfid) aufzudampfen, dessen Dicke viel kleiner als die Plattenwellenlänge ist, und diese Schicht mit fingerförmigen Elektroden im periodischen Abstand gleich der Plattenwellenlänge zu bedecken. Technisch leichter ausführbar ist es, auf der Plattenoberfläche eine Schar paralleler Rillen einzuschneiden oder einzuätzen, die räumliche Längs- und Ouerwellen in Ravleigh- oder Lambwellen – oder umgekehrt – verwandeln: s. Fig. 1.77. Bei senkrechter Einstrahlung der räumlichen Welle muß der Rillenabstand gleich einer Plattenwellenlänge sein. Der Sender bzw. Empfänger der räumlichen Wellen kann auf einer gegenüberliegenden Seite der Probenplatte angeordnet werden. Außer den hier erwähnten elektroakustischen Wandlungen ist es möglich, beispielsweise durch Laserimpulse passender Frequenz auf der Plattenoberfläche periodisch thermoelastische Störungen zu erzeugen, von denen Rayleigh- oder Lambwellen ausgehen. Weiteres s.z.B. Viktorov (1967), Dransfeld u. Salzmann (1970), Smith (1971), White (1981).

1.9.1 Elastizität

Außer der beschriebenen Lichtbeugung kann man elektronische Verfahren gemäß 1.9.1.4 anwenden. Bei den Wandlern für Oberflächenwellen ist es oft schwierig, den Laufweg genau zu bestimmen; dann ist ein Vergleichsverfahren mit parallelen Laufstrecken ratsam.

1.9.1.4 Dynamische Elastizitätsmeßverfahren

Da das Messen von Elastizitätskenngrößen auf der Grundlage der linearen Theorie nur sehr kleine Verformungen gestattet (s. 1.9.1.1), sind dynamische Meßverfahren mit elektronischen Hilfsmitteln vorteilhaft. Ferner kann es bei Relativmessungen – d. h. beim Messen des Unterschiedes der Meßgrößen zweier vergleichbarer Proben oder beim Messen der Abhängigkeit der Meßgröße einer Probe von einem Parameter, z. B. Temperatur oder Druck (vgl. Fine (1952)) – sinnvoll sein, die Meßunsicherheit auf 10^{-6} zu verringern. Die zu solchen Zwecken gebräuchlichsten dynamischen Meßverfahren lassen sich aufgrund der gegebenen technischen Möglichkeiten folgendermaßen – in der Reihenfolge ungefähr steigender Ansprüche geordnet – kategorisieren.

Resonanzmeßverfahren Da die theoretische Grundlage auf der Lösung von Randwertaufgaben beruht, kommt es vor allem auf genaues Einhalten der geometrischen Form des Probekörpers an. Bevorzugte Formen sind Prismen und Kreiszylinder von gleichmäßigem Querschnitt sowie die Kugel. Falls alle Abmessungen des Probekörpers im Vergleich zur Wellenlänge der Schwingungen klein sind, bekommt man durch Ankoppeln einer Schwungmasse ein Masse-Feder-System, das man Pendel nennt (s. z. B. 1.9.1.2 Stabdehn- und Torsionsversuche). Andernfalls bildet der Probekörper für sich einen Oszillator, d. h. ein System von Eigenschwingungen oder stehenden Wellen (s. z. B. 1.9.1.2 Stabbiegeversuche, 1.9.1.3 Stabdehn- und Kugelresonanzversuche). Die angekoppelten Teile des Erregers und des Aufnehmers haben einen vernachlässigbaren oder höchstens einen kleinen, aber berechenbaren Fremdmasseneinfluß. Gelegentlich lassen sich der Wandler, der die Schwingungen verursacht, und der Probekörper, der als Resonator wirkt, zu einer Einheit, einem sogenannten Vibrator, verbinden. Die hauptsächlich geometrisch bedingte Meßunsicherheit der Resonanzverfahren hat gewöhnlich die Größenordnung 10^{-2} , in Sonderfällen (wie bei der Kugelresonanz, s. 1.9.1.3) 10^{-3} . Das Verfahren eignet sich auch zum Untersuchen der Temperatur- und Druckabhängigkeiten der Elastizitätsgrößen.

Phasenmeßverfahren Bei festgehaltener Versuchsfrequenz nimmt man die Form der Schwingung oder der periodischen Welle sowie deren Phasenlage zum Auswerten auf (s. z. B. 1.9.1.2 Stabbiegeversuche). Hat der Probekörper eine ausreichende Länge, so kann man auch mit fortschreitenden Wellen arbeiten. Obwohl der technische Aufwand nicht geringer ist, hat die Meßunsicherheit etwa die gleiche Größenordnung wie bei dem Resonanzverfahren.

Bei allen folgenden Kategorien ergibt sich eine höhere Meßgenauigkeit dadurch, daß man die Laufzeit von Ultraschallimpulsen auf bekanntem Laufweg in einer Probe im wesentlichen aufgrund typischer Kurzzeitmeßmethoden genauestens bestimmt. Die Infinitesimalität der Impulshöhe verlangt allerdings eine ausreichende Breitbandverstärkung und Rauschpegelunterdrückung.

Impulsdurchlaufverfahren In dem Probekörper müssen sowohl die materielle als auch die geometrische Dispersion so gering sein, daß sich das Ultraschallsignal nicht störend verzerrt. Sonst werden keine besonderen Anforderungen bezüglich Form und materieller Beschaffenheit des Probekörpers gestellt. Je kleiner aber die Probenlänge ist, desto kürzere Laufzeiten müssen gemessen werden. Dies ist auf verschiedene Weise möglich: durch Vergleichen der gesendeten und empfangenen Impulse mit einer kalibrierten Zeitbasis auf dem Bildschirm eines Elektronenstrahloszillographen oder durch Abstimmen mit einer regelbaren dispersionsfreien Vergleichs-verzögerungsstrecke parallel zur Probenstrecke oder durch Impulszählung nach der Signal-

umlauf-("Singaround"-)Methode. Nach der letztgenannten Methode triggert jeder Impuls, der die Probe durchlaufen hat, über eine Rückkopplungsschleife den Pulsgenerator, so daß die Impulsfolgefrequenz eine eindeutige Funktion der Laufzeit innerhalb der Probe wird. Eine beträchtliche Dämpfung des Probematerials ist nicht nur zulässig, sondern obendrein förderlich, weil die Reihenfolge der Echos durch das Abklingen der Impulshöhe für den Diskriminator der erwähnten Rückkopplungsschleife erkennbar sein muß. Durch die elektronische Schaltung und die Wandler verursachte Verzögerungen sowie Verzerrungen des Impulsprofils bedingen eine Meßunsicherheit der Impulslaufzeit von der Größenordnung 10⁻³.

Impulsechoverfahren Der Probekörper darf kürzer sein, muß aber ein ebenes Rückwandstück haben, an dem die auftreffenden Ultraschallimpulse zu dem als Sender und Empfänger funktionierenden elektroakustischen Wandler hin reflektiert werden. Die elektronischen Geräte des Verfahrens sind der Radartechnik entlehnt. Der Sender liefert pulsmodulierten Ultraschall, dessen Impulse eine im Vergleich zur Laufzeit sehr kurze Dauer und eine so niedrige Folgefrequenz haben, daß alle verwertbaren Echos empfangen worden sind, bevor der nächste Impuls ankommt. Die Empfangssignale werden auf dem Schirm einer Elektronenstrahlröhre durch die Vertikalablenkung abgebildet. Der Pulsmodulator triggert eine streng zeitproportionale Horizontalablenkung auf dem Bildschirm. Mit Hilfe eines kalibrierten Zeitmarkengebers, dessen Genauigkeit entscheidend ist, gelingt es, die Zeitabstände zwischen den Empfangssignalen, also die Laufzeit mit einer Unsicherheit von der Größenordnung 10^{-3} zu messen. Durch Variieren der Ultraschallfrequenz kann man außerdem das Dispersionsgesetz des Probematerials ermitteln.

Mit Hilfe der akustischen Interferometrie erzielt man zwar keine höhere Meßempfindlichkeit als bei den Impulsdurchlauf- und Impulsechoverfahren, jedoch eine höhere Meßsicherheit, sofern man auch die in den Wandlern und den Kopplungsschichten auftretenden Verzögerungen berücksichtigt. Hohe Stabilität der jeweils entscheidenden Frequenz sowie vollkommene Gleichmäßigkeit von Form und materieller Beschaffenheit des Probekörpers – besonders wenn dieser klein ist – sind erforderlich. Es empfiehlt sich, die Probenoberflächen planparallel zu machen und zu polieren. Unter allen diesen Voraussetzungen kann man die Meßunsicherheit auf 10⁻⁴ herabdrücken. Temperaturund Druckabhängigkeiten lassen sich genau messen. Die folgenden zwei Kategorien sind zu unterscheiden.

Interferometrisches Phasenvergleichsverfahren Ein Hochfrequenzgenerator, dessen Stabilität entscheidend ist, liefert die Interferenzträgerschwingung, mit der man Rechteckimpulse bildet. Nach der Doppelpulsmethode werden zwei aus einigen Echos bestehende Echozüge mittels einer Doppeltorschaltung hergestellt und durch einen Phasenschieber sowie einen Amplitudenregler dermaßen verändert, daß sich im resultierenden Signal alle Echos außer dem ersten auslöschen. Bei der Trägerinjektionsmethode verwendet man eine Einzeltorschaltung und betreibt die Probe einendig, d. h. mit einem einzigen Wandler. Wenn der Probekörper sehr klein ist, fügt man vorteihaft einen langen Pufferstab aus Glas oder dergleichen zwischen der einendig betriebenen Probe und dem Wandler ein.

Interferometrisches Pulsüberlagerungsverfahren Ein Hochfrequenzgenerator pulsmoduliert die Interferenzträgerschwingung mit einer sehr genau zu messenden Folgefrequenz, deren Instabilität kleiner als 10⁻⁷ sein muß. Die von der einendig betriebenen Probe kommenden Echos werden mit einer anderen Hochfrequenzschwingung gemischt. Die entstehende Zwischenfrequenzschwingung wird selektiv verstärkt und einem Elektronenstrahloszillographen zugeführt, der die Pulshülle zeigt. Mit Hilfe einer von dem Oszillographen abgezweigten Torschaltung justiert man den Pulsgenerator so, daß die Periode der Impulsfolge gleich einem ganzzahligen Vielfachen (vorzugsweise dem 1-fachen) der in der Probe verbrachten Laufzeit ist, mithin jeder Betriebsimpuls einem (im Vorzugsfall: jedem) Probenecho überlagert wird und sich ein Amplitudenmaximum der interferierenden Trägerschwingungsphasen von Betriebsimpuls und Probenecho einstellt.

1.9.2 Plastizität und Festigkeit

Die Verfahren der letzten vier Kategorien liefern als Meßergebnis die Laufzeit und damit bei bekannter Laufstrecke die Geschwindigkeit, mit der sich ein Puls im Probekörper fortpflanzt. Sie sind also für die Akustik ebenfalls wichtig (s. 2.10.4.1). Bei den Resonanz- und Phasenmeßverfahren sowie den interferometrischen Verfahren wird die Phasengeschwindigkeit, bei den Impulsdurchlauf- und Impulsechoverfahren die Gruppengeschwindigkeit gemessen. In einem unbegrenzten elastischen Körper unterscheiden sich die beiden Geschwindigkeiten nicht. In einigen Fällen der Materialprüfung – z. B. bei Festigkeitsprüfungen von Baustoffen – dient die Größe der Schallgeschwindigkeit schlechthin als ein konventionelles Gütemaß, da Risse und Lunker die Fortpflanzung des Ultraschalls verzögern. In der Elastizitätslehre hingegen kommt es auf die kontinuumsmechanischen Beziehungen an.

Die meisten dynamischen Elastizitätsmeßverfahren gestatten zugleich das Messen der Dämpfung (inneren Reibung); es sei auf die zitierte Literatur verwiesen.

1.9.2 Plastizität und Festigkeit (G. Lange)

1.9.2.1 Grundlagen und Definitionen

Unter Plastizität versteht man die Fähigkeit eines Festkörpers, sich unter Einwirkung von Kräften (Spannungen) bleibend zu verformen. Gewöhnlich geht der plastischen eine elastische Deformation voraus; begrenzt wird das plastische Verformungsvermögen durch den Bruch oder durch vollständiges Auseinandergleiten (z. B. reine Metalle unter Zugbeanspruchung). Die von einem Werkstoff ertragbare plastische Gesamtformänderung, d. h., ob das Material zu duktilem oder zu sprödem Verhalten neigt, hängt vom Werkstoff- und vom Beanspruchungszustand ab. Der Werkstoffzustand umfaßt den Gittertyp, die Ausbildung des Gefüges (Korngröße, Versetzungsdichte, Art und Verteilung von Ausscheidungen, Texturen usw.), bedingt durch Wärmebehandlung, Kaltverformung, Alterung sowie die Veränderungen durch gelöste Gase, Neutronenbestrahlung u.ä. Der Beanspruchungszustand beinhaltet den Spannungszustand, d. h. die Belastungsart (Zug, Druck, Torsion, Biegung), ggf. deren zeitlichen Verlauf, ein- oder mehrachsig angreifende Spannungen und damit auch die Geometrie des Bauteils, die Belastungsgeschwindigkeit und die Temperatur.

Als Maß für die einem Körper aufgeprägte plastische Formänderung dient der Formänderungsgrad, auch als Umform- oder Verformungsgrad bezeichnet. Bevorzugt wird allgemein der logarithmische Formänderungsgrad φ , bei Zugbeanspruchung der lineare Formänderungsgrad ε , häufig als Prozentwert:

$$\varphi = \ln \left| \frac{A_0}{A} \right| = \varphi_1 = \ln \left| \frac{L}{L_0} \right|; \qquad \varepsilon = \left| \frac{L - L_0}{L_0} \right| \cdot 100\%.$$

 $(A_0 \text{ Ausgangsquerschnitt}, L_0 \text{ Ausgangslänge}; A, L \text{ Werte nach der Formänderung}, gemessen im entlasteten Zustand, d. h. nach Rückgang des elastischen Anteils).$

Die beiden Definitionen für φ lassen sich nur so lange gleichsetzen, wie der Prüfkörper bei der Formänderung zylindrisch und sein Volumen konstant bleibt. (Die zweite Bedingung ist bei plastischer Umformung gut erfüllt; die Dilatation der Metalle aufgrund zunehmender Versetzungsdichte ist in diesem Zusammenhang vernachlässigbar).

Der Widerstand, den ein Werkstoff einer plastischen Formänderung entgegensetzt, ist seine Fließspannung (Formänderungsfestigkeit) k_t . Sie ist bei gegebenem Material eine

169

Werkstoffkenngröße, die vom Formänderungsgrad φ , der Formänderungsgeschwindigkeit $\dot{\varphi}$ und von der Umformtemperatur abhängt. Die Funktion $k_{\rm f}(\varphi)$ mit $\dot{\varphi}$ und T als Parametern nennt man Fließkurve. Für eine große Zahl duktiler, metallischer Werkstoffe gilt mit guter Näherung in einem weiten Plastizitätsbereich die Beziehung

$$k_{\rm f} = C \cdot \varphi^{\rm n}$$

Da k_f für die meisten Metalle und Legierungen bei Raumtemperaturverformung mit wachsendem φ ansteigt, heißt n Verfestigungsexponent (Neigungswinkel der Fließkurven-Geraden in der üblichen doppelt logarithmischen Auftragung). Für eine Reihe weiterer Metalle läßt sich die Fließkurve durch zwei Abschnitte mit jeweils konstantem Verfestigungsexponenten näherungsweise beschreiben (Doppel-n-Verhalten). Die Konstante C ist die Formänderungsfestigkeit bei $\varphi = 1$. Für viele Metalle gilt weiterhin mit guter Näherung

$$k_{\rm f} = C \varphi^{\rm n} \dot{\varphi}^{\rm m}.$$

Der Geschwindigkeitsexponent m hat bei der Kaltumformung eine untergeordnete, bei der Warmumformung (oberhalb der Rekristallisationstemperatur) eine erhebliche Bedeutung. Bei einigen Legierungen, z. B. Al-Mg, kann der Exponent m innerhalb begrenzter Temperatur- und Geschwindigkeitsbereiche einen negativen Wert annehmen. Verursacht wird dieses Verhalten durch eine Wechselwirkung zwischen Versetzungen und den Substitutions-Legierungsatomen. Es äußert sich in Form einer sägezahnartigen Fließkurve (Portevin-Le Chatelier-Effekt, dynamische Reckalterung) oder als Scherbruch.

Heiser und Lange (1992)

T

Bei einachsiger Beanspruchung fließt der Werkstoff, sobald die anliegende Spannung σ den Wert der Fließspannung $k_{\rm f}$ erreicht. Bei mehrachsiger Beanspruchung tritt an die Stelle von σ eine Vergleichsspannung $\sigma_{\rm v}$, die gewöhnlich nach der Gestaltänderungs-Energie-Hypothese (v. Misessches Fließkriterium) oder nach der Schubspannungshypothese (Trescasches Fließkriterium) ermittelt wird:

v. Mises:

$$\sigma_{v} = \sqrt{\frac{1}{2} \left[(\sigma_{x} - \sigma_{y})^{2} + (\sigma_{y} - \sigma_{z})^{2} + (\sigma_{z} - \sigma_{x})^{2} \right] + 3(\tau_{xy}^{2} + \tau_{yz}^{2} + \tau_{zx}^{2})}$$

x, y, z rechtwinkliges Koordinatensystem,

 σ Normalspannungen

Schubspannungen

$$\sigma_{\rm v} = \sqrt{\frac{1}{2} \left[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2 \right]} \quad \text{im Hauptachsensystem}$$

Tresca:

$$\sigma_{\rm v}=\sigma_1-\sigma_3$$

 σ_1 größte Hauptspannung

 σ_3 kleinste Hauptspannung

1.9.2 Plastizität und Festigkeit

Entsprechend tritt an die Stelle von φ die Vergleichsformänderung φ_v , wobei für die von Misessche Hypothese zunächst die Vergleichsformänderungsgeschwindigkeit $\dot{\varphi}_v$ zu berechnen ist.

v. Mises:

$$\dot{\varphi}_{v} = \sqrt{\frac{2}{3} \left(\dot{\varphi}_{1}^{2} + \dot{\varphi}_{2}^{2} + \dot{\varphi}_{3}^{2} \right)} \qquad \varphi_{v} = \int_{t_{0}}^{t_{1}} \dot{\varphi}_{v} dt$$

Tresca:

$$\varphi_{\rm v} = |\varphi|_{\rm max}$$

Der Werkstoff fließt, wenn $\sigma_v = k_f$, d. h., wenn die äußeren Belastungen den Werkstoffwiderstand gegen einsetzendes Fließen erreichen. Die Fließkurve ist die Funktion $k_f(\varphi_v)$ mit $\dot{\varphi}_v$ und *T* als Parametern. Die Gleichungen zeigen, daß für die plastische Formänderung die Differenz der Hauptspannungen (Deviatoranteil des Spannungstensors) maßgeblich ist; der hydrostatische Anteil hat nahezu keinen Einfluß.

Eine besondere Form der Plastizität ist das Kriechen, eine langsame bleibende Formänderung unter ruhender Last. Bei metallischen Werkstoffen hat dieser Vorgang bei Temperaturen oberhalb 0,4 T_s (T_s = Schmelztemperatur in K) Bedeutung. Gemessen wird meist die Zeitdehnlinie (Kriechkurve) $\varepsilon(t)$ im Zeitstandversuch (DIN 50118, 50119); Parameter sind Spannung und Temperatur.

Unter Superplastizität versteht man das ungewöhnlich hohe Formänderungsvermögen einiger Metallegierungen, das bei bestimmten Temperaturen innerhalb eines begrenzten Geschwindigkeitsbereiches auftritt und das mehrere hundert Prozent betragen kann.

Die Festigkeit eines Werkstoffes ist die von ihm maximal ertragene Last, bezogen auf den Ausgangsquerschnitt des Prüfkörpers (Werkstoffwiderstand gegen einsetzenden Bruch). Sie hängt ab vom Werkstoff- und vom Beanspruchungszustand und kann auf eine bestimmte Belastungsdauer oder auf eine bestimmte Anzahl von Belastungsfolgen begrenzt sein. Für einen gegebenen Materialzustand ist die Festigkeit eine Werkstoff-Kenngröße mit der Dimension einer Spannung (N/mm² bei Metallen, N/cm² bei Kunststoffen und bei Baustoffen. Im physikalischen Sinn ist die Festigkeit keine Spannung, da der Ausgangsquerschnitt des Prüfkörpers während des Versuches normalerweise nicht erhalten bleibt.) Die Festigkeiten werden in genormten Versuchen für die verschiedenen Belastungsarten bestimmt, wobei der Begriff "Festigkeit" stets mit dem Ereignis "Bruch" verbunden ist.

DIN-Taschenbuch 19 (1981)

Die wichtigsten Festigkeiten sind:

- quasistatische Belastung: Zugfestigkeit (DIN 50145, EN 10002), Druckfestigkeit (DIN 50106), Biegefestigkeit (DIN 50110), Scherfestigkeiten für verschiedene Verbindungsarten (Schweiß- und Lötverbindungen, Plattierungen, Spritzschichten).

- schwingende Belastung: Dauerschwingfestigkeit, kurz Dauerfestigkeit, mit den Sonderfällen Wechselfestigkeit (Mittelspannung=0) und Schwellfestigkeit (Unterspannung=0); Betriebsfestigkeit (betriebsähnliche Belastungsfolgen), Gestaltfestigkeit (Dauerfestigkeit eines Bauteils, keine Werkstoffkenngröße), Zeitschwingfestigkeit (Bruch nach bestimmter Schwingspielzahl), alle DIN 50100.

- ruhende Belastung: Zeitstandfestigkeit (Bruch nach bestimmter Belastungsdauer) und Dauerstandfestigkeit, beide DIN 50118, 50119.

Vielfach werden in diesen Versuchen neben der Festigkeit noch weitere Kenngrößen bestimmt, z. B. die Spannung beim Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich (Streckgrenze, Quetschgrenze u. a.), auf den Ausgangsquerschnitt bezogene Kräfte zur Erzeugung bestimmter Formänderungsgrade (Dehngrenzen, Stauchgrenzen, zeitabhängige Zeitstandkriechgrenzen) oder die Gesamtformänderung des Prüfkörpers nach Versuchsende (Bruchdehnung, Brucheinschnürung). Die Entwicklung der unterschiedlichen Brucharten und die dabei im Werkstoff ablaufenden Vorgänge hat Lange (1992) eingehend beschrieben.

1.9.2.2 Meßverfahren zur Bestimmung von Fließkurven und von Festigkeitskennwerten

Zur Aufnahme von Fließkurven benutzt man hauptsächlich den Stauch-, den Torsionsoder den Zugversuch. Ausgewertet wird vorzugsweise nach dem Trescaschen Kriterium. Vergleichsspannungen und -formänderungen für diese drei Versuche sind in Tabelle 1.7 zusammengestellt. Lange (1972)

Prüfverfahren	0	r _v hereins	φ_{v}		
	nach v. Mises	nach Tresca	nach v. Mises	nach Tresca	
Zugversuch (im Bereich der Gleichmaßdehnung)	σz	σz	φ_1	φ_1	
Zylinderstauchversuch Kegelstauchversuch Stauchversuch nach Rastegaev	$\sigma_{ m D}$	$\sigma_{ m D}$	$arphi_{ m h}$	$arphi_{ m h}$	
Flachstauchversuch	$\frac{\sqrt{3}}{2}\sigma_{\rm D}$	$\sigma_{\rm D}$	$\frac{2}{\sqrt{3}} \varphi_{\rm h}$	$arphi_{ m h}$	
Verdrehversuch	$\sqrt{3} \tau_{\rm R}$	$2\tau_{\rm R}$	$\frac{1}{\sqrt{3}}\gamma_{R}$	$\frac{1}{2}\gamma_{R}$	
Hydraulischer Tiefungsversuch	$\sigma_{\rm Z}$	σz	$\varphi_{\rm s}$	$\varphi_{\rm s}$	

Tab. 1.7	Vergleichsspannung σ_v und	Vergleichsformänderung	φ_v zur	Bestimmung	von
	Fließkurven				

Zugversuch Im Zugversuch wird die Kraft-Verlängerungs-Kurve einer zylindrischen Probe aufgenommen. Die Probe verformt sich zunächst linear elastisch. Dieser Abschnitt wird als Hook esche Gerade bezeichnet; Tangens ihres Anstiegswinkels ist der Elastizitätsmodul des Werkstoffes. Der Übergang in den plastischen Bereich erfolgt je nach Werkstoff stetig oder unstetig. Die Kraft steigt im plastischen Bereich zunächst degressiv an, die Probe bleibt bei der Verlängerung zylindrisch (Bereich der Gleichmaßdehnung). In dieser Phase wirkt sich die Zunahme der Werkstoffestigkeit aufgrund der Kaltverformung stärker aus als die Schwächung des Querschnittes. Proben duktiler Werkstoffe schnüren sich schließlich taillenförmig ein. Die weiterhin ansteigende Werkstoffestigkeit vermag die Querschnittsabnahme dann nicht mehr zu kompensieren: die Kraft nimmt ab (Bereich der Einschnürdehnung). Der Beginn der Einschnürung fällt etwa mit dem Lastmaximum zusammen.

1.9.2 Plastizität und Festigkeit

Auf einer Prüfmaschine ohne geschlossenen Regelkreis endet die Kraft-Verlängerungs-Kurve, sobald die elastisch gespannte Maschine beim Lastabfall stärker zurückfedert als sich die Probe zu dehnen vermag. (Dieser Instabilitätspunkt ist erreicht, wenn die Federkonstante der Prüfmaschine dem Betrage nach mit der Neigung der Tangente an die Kraft-Verlängerungs-Kurve übereinstimmt.) Prüfmaschinen mit geschlossenem Regelkreis (closed-loop-Maschinen), die die Verlängerungsgeschwindigkeit der Probenmeßstrecke konstant halten, können den Bruchvorgang zeitlich so weit auflösen, daß auch der steile Kraftabfall in der Endphase des Zugversuches bis zur vollständigen Entlastung registriert wird.

Lange (1976), Dahl u. Rees (1976), Lange (1981)

Es ist üblich, die Kräfte auf den Ausgangsquerschnitt A_0 , die Verlängerungen auf die Ausgangsmeßstrecke L_0 der Probe zu beziehen und die Kraft-Verlängerungs-Kurve nach Umbenennung der Achsen als Spannungs-Dehnungs-Diagramm, korrekt Nennspannungs-Totaldehnungs-Diagramm, zu bezeichnen. Bei der gelegentlich angegebenen "wahren Spannungs-Dehnungs-Kurve" ist die Kraft auf den jeweiligen (nach der Einschnürung auf den engsten) Probenquerschnitt A bezogen. Man ermittelt auf diese Weise die Längszugspannung σ_z , die bis zum Beginn der Einschnürung mit der Vergleichsspannung σ_v identisch ist (Fig. 1.78).







Fig. 1.78

Verlauf der auf den Ausgangsquerschnitt bezogenen Kraft F/A_0 (Nennspannung), der Längsspannung F/A, der Fließspannung k_t sowie des Quotienten aus Probenausgangsdurchmesser r_0 und Krümmungsradius ρ in Abhängigkeit von der linearen Dehnung ε bzw. von der logarithmischen Formänderung ρ . Stahl St 37-2, Meßwerte des Verfassers

Die Fließkurve läßt sich im Bereich der Gleichmaßdehnung besonders einfach ermitteln. Allerdings erreicht man nur geringe Formänderungsgrade, beispielsweise $\varphi = 0,15$ bis 0,40 bei einigen gängigen Metallen. Diese Werte lassen sich auf das 3- bis 6fache steigern, wenn man auch den Einschnürbereich auswertet (Fig. 1.79). Entsprechende Formeln für die Formänderungsfestigkeit haben sowohl Siebel als auch Bridgeman aus der Betrachtung des Kräftegleichgewichtes am dreiachsig beanspruchten Volumenelement der Einschnürzone unter Verwendung des Trescaschen Fließkrite-

riums abgeleitet:

Siebel:
$$k_{\rm f} = \frac{F/A}{1 + \frac{D}{8\rho}}$$
 Bridgeman: $k_{\rm f} = \frac{F/A}{\left(1 + \frac{4\rho}{D}\right) \ln\left(1 + \frac{D}{4\rho}\right)}$

D Probendurchmesser im engsten Querschnitt,

ρ Krümmungsradius der Mantellinien im engsten Querschnitt

Beide Gleichungen erniedrigen die Längsspannung F/A um einen Faktor, der mit abnehmendem Krümmungsradius, d. h. mit zunehmender Einschnürung, ansteigt. Bei mäßiger Einschnürung liefern beide Formeln übereinstimmende k_{f} -Werte. Bei starker Taillenbildung ergeben sich nach Siebel niedrigere Formänderungsfestigkeiten als nach Bridgeman. Nach heutigem Kenntnisstand ist die Siebel-Gleichung zu bevorzugen. Der zugehörige Vergleichsformänderungsgrad wird stets mit dem engsten Querschnitt berechnet.

Siebel u. Schwaigerer (1948), Bridgeman (1944).

Für die Bestimmung des Krümmungsradius werden in der Literatur drei Verfahren genannt: Photographieren der Einschnürzone, mechanisches Abtasten der Proben mit Fühlern (auch bei Warmzug- und Tieftemperaturversuchen anwendbar), direkte Messung an der Probe mit konischem Stab oder mit Radienschablonen. Bemühungen, die relativ aufwendige Messung des Krümmungsradius durch Näherungsformeln zu umgehen, führten bislang zu keinen allgemeingültigen Lösungen. Eine gute Näherung für die Fließkurve erhält man mit Hilfe des Krümmungsradius der gebrochenen Probe. Der daraus berechnete Kurvenpunkt gestattet bei vielen Metallen, die Fließkurve aus dem Bereich der Gleichmaßdehnung bis zum Endwert des Zugversuches monoton zu extrapolieren.

Lange (1974)

Nützlich für die Aufstellung von Fließkurven ist der theoretisch ableitbare, tatsächlich jedoch meist nicht exakt erfüllte Zusammenhang $n = \varphi_{gl}(\varphi_{gl})$: Formänderungsgrad am Ende der Gleichmaßdehnung). Ähnliches gilt für die Berechnung der Konstanten *C* in der Fließkurvenvergleichung aus der Zugfestigkeit R_m , dem Verfestigungsexponenten n und der Basis der natürlichen Logarithmen e: $C = R_m (e/n)^n$.

Reihle (1961), Dahl u. Rees (1976)

Die Festigkeits- und die Verformungskennwerte werden in einem genormten Zugversuch (DIN 50145, EN 10002) ermittelt. Das Normblatt enthält u. a. Begriffsdefinitionen, Angaben über Anwendungsbereich, Meßstreckenermittlung und -markierung, Anforderungen an die Prüfmaschine, Versuchsdurchführung, insbesondere Dehn- oder Spannungszunahme-Geschwindigkeit, Probentemperierung und Probeneinspannung, über die Versuchsauswertung und über den Inhalt des Prüfberichtes. Spezielle Zugversuche sind für einige Halbzeuge und Produkte (z. B. Folien, Bänder, Bleche, Rohre, Drähte, Drahtseile), für Schweiß- und Lötverbindungen sowie für besondere Werkstoffe wie Grau- oder Temperguß vorgesehen. Entnahme, Bearbeitung und Abmessungen der gängigen Zugproben sind in DIN 50125 zusammengestellt. Normalerweise verwendet man Proportionalstäbe, deren zylindrische Meßstrecke L_0 das Fünf- oder das Zehnfache des Stabdurchmessers d_0 beträgt (kurzer oder langer Proportionalstab).

Bei Stäben mit rechteckigem Querschnitt ist der Durchmesser des flächengleichen Kreises einzusetzen: $L_0 = 5,65 \sqrt{A_0}$ oder $L_0 = 11,3 \sqrt{A_0}$. Besondere Richtlinien gelten wiederum für Proben aus dünnen Blechen, Grauguß, Temperguß, Druckguß sowie aus Schweißverbindungen. Zugversuche an Kunststoffen sind in DIN 53455 genormt.

1.9.2 Plastizität und Festigkeit 175

Bei metallischen Werkstoffen werden vier charakteristische Werte bestimmt: Kenngröße für das Einsetzen der plastischen Verformung, Zugfestigkeit, Bruchdehnung und Brucheinschnürung. Beginnt die plastische Dehnung unstetig mit einer gleichbleibenden oder einer abfallenden Kraft, wie z. B. bei einer Reihe handelsüblicher Baustähle, so definiert man als Streckgrenze den Quotienten aus dieser Last und dem Ausgangsquerschnitt, Dimension N/mm². Bei einem Lastabfall unterscheidet man zwischen oberer und unterer Streckgrenze. Die obere Streckgrenze (DIN-Bezeichnung R_{eH} , früher σ_{so}) berechnet sich aus der größten Kraft vor dem ersten Lastabfall, die untere Streckgrenze (R_{eL} , früher σ_{su}) aus der kleinsten Kraft im Fließbereich, wobei jedoch maschinenbedingte Einschwingerscheinungen nicht berücksichtigt werden. In Tabellenwerken wird die obere Streckgrenze angegeben; sie ist die wichtigste Dimensionierungsgröße für statisch belastete Maschinenbauteile.

Da der Beginn des ersten Lastabfalls durch erhöhte Dehngeschwindigkeit erheblich angehoben werden kann, dürfen die vorgeschriebenen maximalen Spannungszunahmegeschwindigkeiten (z. B. 30 N/mm²s für Stahl, 10 N/mm²s für NE-Metalle bei Raumtemperatur) auf keinen Fall überschritten werden. Die untere Streckgrenze hat für wissenschaftliche Untersuchungen Bedeutung. Das Fließen unter geringfügig schwankender Last auf dem Niveau der unteren Streckgrenze bezeichnet man als Lüdersdehnung. Die Probe verformt sich in dieser Phase ungleichmäßig über ihre Länge. Auf der Oberfläche polierter oder verzunderter Stäbe erkennt man dabei Scharen von Verformungsbändern, die unter 45 Grad gegenüber der Probenachse geneigt sind. Sie werden als Lüdersbänder bezeichnet.

Zeigt der Werkstoff beim Übergang in den plastischen Bereich einen stetigen Lastanstieg, so ermittelt man als charakteristischen Wert eine Dehngrenze R_p , d. h. eine auf den Ausgangsquerschnitt bezogene Kraft, die zu einer bestimmten bleibenden Dehnung führt. Gebräuchlicher Wert ist die 0,2%-Dehngrenze ($R_{p0,2}$, früher $\sigma_{0,2}$), auch als 0,2-Grenze bezeichnet; darüber hinaus wird gelegentlich auch die technische Elastizitätsgrenze mit 0,01% bleibender Dehnung gemessen.

Zu diesem Zweck zeichnet man normalerweise mit Hilfe eines auf die Meßstrecke der Probe geklemmten elektrischen Feindehnungsmeßgerätes den Anfangsbereich der Kraft-Verlängerungs-Kurve auf. Eine Parallele zur Hookeschen Geraden im Abstand von 0,2% (bzw. von 0,01%) Dehnung schneidet die Meßkurve im gesuchten Punkt. Ist die Hookesche Gerade sehr kurz, so kann durch eine Zwischenentlastung aus dem Gebiet der Gleichmaßdehnung eine Hystereseschleife aufgenommen werden, deren Mittellinie als Bezugsparallele dient.

Die Zugfestigkeit (R_m , früher σ_B) ist definiert als Quotient aus der größten Zugkraft und dem Ausgangsquerschnitt. Sie ist neben der chemischen Zusammensetzung die wichtigste Größe zur Klassifizierung metallischer Werkstoffe. Zur Dimensionierung eignet sie sich dagegen nur bei sehr spröden Werkstoffen wie z. B. Gußeisen.

Die Bruchdehnung (A, früher δ) ist die prozentuale bleibende Gesamtverlängerung der ursprünglichen Meßstrecke L_0 während des Zugversuches:

$$A = \frac{L_{\rm u} - L_0}{L_0} \cdot 100\%.$$

Die Meßstrecke L_u wird an den sorgfältig zusammengefügten Bruchstücken der Zugprobe bestimmt. Man unterscheidet A_5 und A_{10} für den kurzen und für den langen Proportionalstab $(A_5 > A_{10})$, da sich die Einschnürdehnung bei kürzerer Meßstrecke prozentual stärker auswirkt). Vergleichbare Werte erhält man nur, wenn die Bruchstelle im mittleren Drittel der Meßstrecke L_u liegt; für Brüche in den äußeren Dritteln kann ein in der Norm erläutertes Bestimmungsverfahren angewendet werden.

Analog zur Bruchdehnung gibt die Brucheinschnürung (Z, früher ψ) die prozentuale bleibende Gesamtquerschnittsabnahme der Probe an:

$$Z = \frac{S_0 - S_u}{S_0} \cdot 100\%.$$

Der Endquerschnitt S_u , gemessen nach dem Bruch an der engsten Stelle, wird bei Rundproben aus dem Mittelwert zweier konjugierter Durchmesser berechnet. Für Flachproben gibt das Normblatt ein Näherungsverfahren an.

Stauchversuch/Druckversuch Im herkömmlichen Zylinderstauchversuch wird eine kreiszylindrische Probe in axialer Richtung zwischen ebenen, parallelen Stauchbahnen zusammengedrückt. Der Versuch ist nicht genormt, wird aber häufig in Anlehnung an den Druckversuch nach DIN 50106 durchgeführt. Gemessen werden die Druckkraft F und der Stauchweg s, d. h. die Höhenabnahme $(h_0 - h)$ der Stauchprobe. Berechnet werden die logarithmische Höhenänderung

$$\varphi_{\rm h} = \ln \frac{h}{h_0} = \ln \frac{h_0 - s}{h_0}$$

und die zugehörige Fließspannung

$$k_{\rm f} = \frac{F}{A} = \frac{F \cdot h}{A_0 h_0} = \frac{F(h_0 - s)}{A_0 \cdot h_0}$$

Der Formänderungsgrad φ_h ist negativ; für die Bestimmung der Fließkurve wird $k_f(-\varphi) = k_f(\varphi)$ angenommen. Der Stauchweg muß mit besonders hoher Genauigkeit ermittelt werden, da er sowohl in den Formänderungsgrad eingeht als auch – anstelle einer direkten Querschnittsmessung – unter Annahme konstanten Volumens zur Berechnung der Formänderungsfestigkeit herangezogen wird.

Schwierigkeiten bereitet im Stauchversuch die Reibung zwischen den Stirnflächen der Probe und den Stauchbahnen der Presse. Die Reibung erfordert nicht nur eine zusätzliche Kraft zum Erreichen eines bestimmten Formänderungsgrades, sondern behindert insbesondere die radiale Ausbreitung der Probe. Der ursprünglich zylindrische Prüfkörper baucht sich tonnenförmig aus, so daß der gewünschte einachsige Spannungszustand mehr und mehr verlorengeht. Um ein aufwendiges Ausmessen der Kontur und Umrechnen auf einachsige Formänderung zu vermeiden, unterdrückt man die Reibung so weit als möglich durch sorgfältige Schmierung. Als Schmiermittel haben sich Teflon (Folien) und Molybdändisulfid bewährt. Im Zylinderstauchversuch lassen sich bei guter Schmierung Formänderungsgrade bis $|\phi| \approx 0,7$ erzielen. Dreht man die verformte Probe wieder zylindrisch, so kann der Versuch bis zu höheren Umformgraden fortgesetzt werden (Stufenstauchversuch); außerdem gibt die Probe ihre Umformwärme während der Versuchsunterbrechung ab.

Im Kegelstauchversuch nach Siebel u. Pomp lassen sich die Reibschubspannungen mittels kegelförmiger Stauchwerkzeuge und entsprechender Probenstirnflächen weitgehend durch Radialspannungen kompensieren (Fig. 1.80). Neigungswinkel α der Kegelflächen und Reibwinkel müssen dazu übereinstimmen: $\alpha = \arctan \mu$.

Der Reibwert μ muß allerdings meist erst in Vorversuchen bestimmt werden. Bei zusätzlicher Schmierung läßt sich der Winkel α auf 3 bis 7 Grad begrenzen. Auch die mit größerem Aufwand zu fertigende Kegelstauchprobe verliert ihre Zylinderform bei höheren Umformgraden; φ -Werte über 0,7 (maximal etwa 1,2) erfordern ein Abdrehen der deformierten Probe.

Beim Zylinderstauchversuch nach Rastegaev wird die Reibung durch 0,2 mm tiefe Schmiertaschen in den Stirnflächen der Proben fast vollständig aufgehoben (Fig. 1.81).

1.9.2 Plastizität und Festigkeit

Die Prüfkörper behalten auch bei hohen Formänderungsgraden ihre Zylinderform. Die Stirnflächen bleiben jedoch unter dem Schmiermittelfilm nicht eben. Der damit verbundene Meßfehler der Höhenabnahme, der sich mit wachsendem Formänderungsgrad exponentiell auf die Fließkurve auswirkt, bedingt schließlich den Abbruch des Versuches im Bereich $|\varphi| = 1,2$ bis 1,5. Vorteilhaft ist auch hier ein Stufenversuch mit Stauchschritten von $|\Delta \varphi| \approx 0,7$.

Pöhlandt (1979)

Fließkurven dünner Bleche lassen sich im Hohlzylinderstauchversuch bestimmen: Gelochte Scheiben werden auf einem Führungsdorn übereinandergeschichtet und als Paket gestaucht.

Pawelski (1967)



Laufen während des Stauchvorganges Erholungs- oder Rekristallisationsvorgänge im Werkstoff ab (Warmumformung), so gewinnt die Formänderungsgeschwindigkeit $\dot{\phi}$ einen erheblichen Einfluß auf die Formänderungsfestigkeit. Man verwendet in diesem Fall als Plastometer bezeichnete Pressen. Sie halten durch eine hydraulische Regelung oder durch eine Nockensteuerung die Formänderungsgeschwindigkeit während des gesamten Stauchvorganges konstant.

(Im Gegensatz dazu steigt bei gängigen Pressen mit konstanter Vorschubgeschwindigkeit des Stauchstempels die Formänderungsgeschwindigkeit exponentiell mit dem Umformgrad an.) Kann die Umformwärme nicht rasch genug durch die Werkzeuge abgeleitet werden, so ist der Versuch hinreichend oft zu unterbrechen; andernfalls mißt man anstelle einer isothermischen eine mehr oder weniger adiabatische Fließkurve.

Im Flachstauchversuch (Indentation Test) werden Fließkurven blechförmiger Proben von mehr als 2 mm Dicke bestimmt (Fig. 1.82). Durch ein Breiten-Höhen-Verhältnis $b/h_0 \ge 6$ erreicht man einen ebenen Formänderungszustand. Bestimmt wird die logarithmische Höhenabnahme φ_h ; die Fließspannung ist aufgrund konstanter Belastungsfläche der Druckkraft proportional: $k_f = F/ab$.

Zu beachten sind eine versatzfreie, exakte Stempelführung sowie eine gute Schmierung (Mo₂S in Öl). Die Stempelbreite *a* sollte gleich der Ausgangsblechdicke h_0 gewählt werden.

Lippmann u. Mahrenholtz (1967), Pawelski (1978)

Zur Bestimmung der Festigkeitskennwerte wird das Verfahren als Druckversuch bezeichnet. Die Einzelheiten der Prüfung sind in DIN 50106 festgelegt. Gestaucht werden zylindrische Proben mit einem Höhen-Durchmesser-Verhältnis von $1 \le h_0/d_0 \le 2$ (Lagermetalle $h_0/d_0 = 1$, Stähle meist $h_0/d_0 = 1,5$).

Die Werkstoffkenngrößen sind analog zum Zugversuch definiert. Die Druckfestigkeit σ_{dB} ist die auf den Ausgangsquerschnitt bezogene Kraft, die zum ersten Anriß oder zum Bruch führt. Bei stetigem Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich bestimmt man die 0,2%-Stauchgrenze $\sigma_{d0,2}$, bei unstetigem Übergang die natürliche Quetschgrenze σ_{dF} , jeweils als Quotient der entsprechenden Druckkraft und des Ausgangsquerschnittes. Verformungskennwerte sind die Bruchstauchung bzw. Stauchung beim ersten Anriß

$$\varepsilon_{\rm dB} = \frac{\Delta L_{\rm dB}}{L_0} \cdot 100\%$$

(prozentuale bleibende Längenänderung bis zum Bruch bzw. Anriß, bezogen auf die Anfangsmeßlänge, d. h. auf die ursprüngliche Probenhöhe) sowie die relative Bruchquerschnittsvergrößerung (Bruchausbauchung) ψ_{dB} .

Torsionsversuch (Verdrehversuch) Hierbei wird ein kreiszylindrischer Stab – gelegentlich auch als Hohlprobe ausgeführt – um seine Längsachse verdreht. Da weder Reibkräfte noch Einschnüreffekte auftreten, lassen sich extrem hohe Formänderungsgrade erzielen ($\varphi \leq 7$, in Sonderfällen bis $\varphi = 10$). Weitere Vorteile sind die konstante Formänderungsgeschwindigkeit (hier Schiebungsgeschwindigkeit $\dot{\gamma}$), die sich auf einfache Weise durch konstante Drehzahl einstellen läßt, sowie die leichte Temperierbarkeit der Probe. Der Torsionsversuch empfiehlt sich daher besonders zur Simulation von Strangpreßvorgängen sowie zur Prüfung umformgeschwindigkeitsempfindlicher Werkstoffe bzw. Werkstoffzustände (Warmumformung).

Der Nachteil des Verdrehversuches besteht in der ungleichmäßigen Formänderungsverteilung und in den daraus resultierenden unterschiedlichen Spannungen in radialer Richtung des Probenquerschnittes. Aus den Meßwerten des Versuches – Torsionsmoment M_t und Verdrehwinkel der Stirnflächen θ – werden daher normalerweise die Schiebung γ und die Schubspannung τ für die Randzone (Index R) berechnet:

$$\gamma_{\rm R} = \frac{\theta R}{L}$$
$$\tau_{\rm R} = \frac{1}{2\pi R^3} \left(3M_{\rm t} + \theta \frac{\mathrm{d}M_{\rm t}}{\mathrm{d}\theta} + \dot{\theta} \frac{\mathrm{d}M_{\rm t}}{\mathrm{d}\dot{\theta}} \right)$$

R Probenhalbmesser,

- L Probenlänge
- $\dot{\theta}$ Verdrehgeschwindigkeit.

Bei Kaltumformung kann das Glied mit $\dot{\theta}$, bei Warmtorsion das Glied θ vernachlässigt werden.

Stüwe u. Turck (1964)

Für die Fließkurve $k_f(\varphi_{\gamma})$ ergeben sich unterschiedliche Werte, je nachdem, ob man τ und γ nach dem v. Misesschen oder dem Trescaschen Kriterium umrechnet (vgl. Tab. 1.16). Nach Pöhlandt u. Lach (1981) erhält man bessere Ergebnisse, wenn τ und γ nicht nur für die Randfaser, sondern für einen "kritischen Radialabstand" im Inneren der Probe bestimmt werden.

Hydraulischer Tiefungsversuch Hiermit ermittelt man Fließkurven dünner Bleche. Kreisförmige Proben (Ronden) werden am Rand fest eingespannt und durch Öldruck plastisch aufgewölbt (Streckziehen). An der Kuppe der Ausbeulung herrscht näherungs-

1.9.3 Härte

weise ein symmetrischer zweiachsiger Zugspannungszustand. Die Zugspannungen σ_z ergeben sich nach der Membrangleichung aus dem Öldruck p, dem Krümmungsradius ρ im Zentrum der Ausbeulung und der jeweiligen Blechdicke s.

$$\sigma_{\rm z}=\frac{p}{2}\left(\frac{\varrho}{s}-1\right).$$

Der für die Fließkurve $\sigma_z(\varphi_s)$ relevante Formänderungsgrad φ_s ist der Logarithmus der momentanen, auf den Ausgangszustand bezogenen Blechdicke

$$\varphi_{\rm s} = \ln \frac{s}{s_0} = -2\,\varphi_{\rm t}.$$

Anstelle der Blechdicke wird gewöhnlich die Umfangsdehnung φ_t gemessen. Panknin (1964)

1.9.3 Härte (T. Polzin)

Die Härte wurde definiert als Widerstand, den ein Werkstoff dem Eindringen eines definierten Körpers aus einem härteren Werkstoff entgegensetzt. Sie ist ein mechanischer Werkstoffkennwert, der es ermöglicht, Werkstoffe zu unterscheiden und einzuordnen, wenn die Messung des Härtewertes nach demselben Verfahren und unter vergleichbaren Bedingungen erfolgte.

Näherungsweise ist auch der Vergleich von Härtewerten möglich, die nach unterschiedlichen Verfahren ermittelt wurden, bei experimenteller Bestimmung der Relation dieser Verfahren an dem definierten Werkstoff bei definierter Vorbehandlung desselben. Wenn die genannten Vorbedingungen nicht eingehalten werden, muß bei unterschiedlichen Verfahren mit erheblichen Einbußen an Genauigkeit gerechnet werden.

Grundsätzlich ist zu unterscheiden, ob der Härtewert mit statischen oder dynamischen Prüfverfahren ermittelt wird. Die dynamischen Prüfverfahren nutzen die Auswirkung des elastischen Stoßes eines Prüfkörpers auf die Probe. Von geringer technischer Bedeutung sind die Ritzhärten, die nach dem Prinzip "wer ritzt wen" lediglich einen Vergleichswert liefern, wie sie die Härteskala nach Mohs (Tab. T 1.10 in Band 3) definiert. Überwiegend werden heute die genormten statischen Härteprüfverfahren angewendet. Man unterscheidet die Verfahren nach Rockwell (HR), Brinell (HB) und Vickers (HV).

In den letzten Jahren wurden neue meist automatisch arbeitende Prüfverfahren entwickelt. Als Beispiel sei die Universalhärte (HU) erwähnt.

Welches Verfahren anzuwenden ist, hängt von dem zu prüfenden Werkstoff und von der aus dem Härtewert zu erwartenden Information ab. So gelten z. B. für die Prüfung von Kunststoffen und Gummi andere Bedingungen als für die Prüfung metallischer Werkstoffe. Wenn auch wegen der unklaren physikalischen Grundlagen alle Verfahren nur einen ihnen eigenen Kennwert abgeben, ist die Härteprüfung wegen ihrer beinahe zerstörungsfreien Arbeitsweise und der schnellen und einfachen Handhabung das meist angewandte Werkstoffprüfverfahren, insbesondere für die Eingangs- und Fertigungskontrolle und bei der Qualitätssicherung. Bei Beachtung der Randbedingungen kann für einige Werkstoffe aus dem Härtewert auf die Zugfestigkeit geschlossen

werden. Anhaltswerte und Randbedingungen für die Umrechnung von Härtewerten verschiedener Skalen ineinander sowie vom Härtewert in Zugfestigkeit gibt DIN 50150. VDI/VDE Richtlinie 2616: Weiler (1990)

Für die genormten Härteprüfverfahren bestehen nationale Härteskalen. Diese werden gebildet aus Kraft, Weg und nationalem Eindringkörper und stellen einen eigenständigen Kennwert dar. Kraft und Weg sind an die nationalen Normale angeschlossen (in Deutschland an die der PTB). Da der nationale Eindringkörper eine nicht reproduzierbare Größe ist, ist die Härte auf keine anderen Normale rückführbar. Die Anbindung der Härteprüfmaschinen an die nationalen Härteskalen erfolgt durch indirekte Prüfung mittels Härtevergleichsplatten.

1.9.3.1 Härteprüfung nach Brinell

Um 1900 wurde von Brinell das erste technisch auswertbare Härteprüfverfahren beschrieben. Eine Kugel (Durchmesser D = 10; 5; 2,5 oder 1 mm) aus Hartmetall (oder Stahl) wird mit der Prüfkraft (F) senkrecht in die Probe eingedrückt und wieder entfernt. Die Brinellhärte ist definiert als Quotient aus Prüfkraft durch Eindruckoberfläche. Dabei wird vorausgesetzt, daß der Eindruck ein geometrisch getreues Abbild des Eindringkörpers ist. Der Eindruckdurchmesser wird entweder gemessen nach direkter Projektion auf eine Mattscheibe, mit Hilfe von Meßmikroskopen oder mit Hilfe der Bildanalyse. Die Oberfläche der Probe muß entsprechend gut vorbereitet sein. Es werden zwei zueinander senkrecht stehende Durchmesser (d_1 und d_2) des Eindruckes gemessen und daraus der mittlere Durchmesser (d) des Eindruckes berechnet:

HB =
$$\frac{0,102 \cdot F}{A} = \frac{0,102 \cdot 2F}{\pi \cdot D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$
 (1.124)

Die Konstante 0,102 ergibt sich aus der Umrechnung der früheren kp Werte in N aus:

$$\frac{1}{g_n} = \frac{1}{9,80665} = 0,102$$





1.9.3 Härte

Der Vorteil des Verfahrens liegt darin, daß ein großer Werkstoffprüfbereich erfaßt wird und so auch die Härte inhomogener Materialien geprüft werden kann. Es ist zu empfehlen, den größtmöglichen Kugeldurchmesser bei größter Prüfkraft zu verwenden, wobei 0,24D < d < 0,6D sein muß und die Probendicke berücksichtigt werden muß (Fig. 1.83 u. Tab. T 1.11 u. T 1.12 in Band 3).

Insbesondere bei weichen (kriechenden) Werkstoffen sind die Härtewerte nur vergleichbar, wenn die gleiche Aufbringzeit und Einwirkdauer der Prüfkraft angewandt wurden. DIN EN 10003 Teil 1, 2, 3 z. Zt. Entwurf

1.9.3.2 Härteprüfung nach Vickers

Das Härteprüfverfahren nach Vickers wurde 1925 entwickelt. Es entspricht vom Prinzip und von der Definition des Härtewertes her dem Verfahren nach Brinell. Der Eindringkörper ist eine gerade Pyramide aus Diamant mit quadratischer Grundfläche und einem Flächenwinkel von 136°. Gemessen wird die Länge (d) der beiden Diagonalen (d_1 und d_2) und ihr Mittelwert (d) berechnet:

$$HV = \frac{0,102 \cdot F}{A} = \frac{0,1891 \cdot F}{d^2}$$
(1.125)

Das Verfahren nach Vickers hat den Vorteil, daß es auch für Proben hoher Härte anwendbar ist und der auf der Probe hinterlassene Eindruck klein ist. Als Nachteil ergibt sich daraus, daß nur ein kleiner Werkstoffbereich bei der Prüfung erfaßt wird. Nach der Größe der Prüfkraft werden drei Bereiche unterschieden.

1. $49 \text{ N} \leq F \leq 980 \text{ N}$ (Vickers-Makrohärtebereich)

In diesem Bereich ist der gemessene Härtewert nur wenig von der Prüfkraft abhängig; d. h., die mit den genormten Prüfkräften

gemessenen Härtewerte sind untereinander vergleichbar.

2. 1.95 N < F < 49 N (Vickers-Kleinkrafthärtebereich)

Der Härtewert wird in zunehmendem Maß von der Prüfkraft abhängig.

Fehler in der Diagonalenmessung machen sich relativ stark bemerkbar. Die Art der Probenvorbereitung gewinnt einen zunehmenden Einfluß auf das Meßergebnis, da die Eindringtiefe ($h \approx d/7$) nur noch sehr gering ist (T 1.13 in Band 3). Bevorzugte Prüfkräfte sind:

1,96N; 2,94N; 4,9N; 9,8N; 19,6N und 29,4N.

3. F < 1.96 N (Vickers-Mikrohärtebereich)

Der Härtewert ist erheblich prüfkraftabhängig (Tab. T 1.13 in Band 3) und hat als Vergleichswert zu den mit den Prüfkräften nach 1. ermittelten Härtewerten keinerlei Bedeutung. Wichtig ist dieser Prüfkraftbereich zur Beurteilung sehr dünner oberflächengehärteter Schichten (z. B. durch Nitrieren). Handelsübliche Härteprüfmaschinen erlauben Prüfkräfte bis hinunter zu $9.8 \cdot 10^{-3}$ N. Damit ergibt sich die Möglichkeit, einzelne Kristalle nach ihrer Härte zu unterscheiden. Die Eindringtiefe unterschreitet

dabei oft den Wert von 1 μ m. Die Meßwerte dürfen nur relativ zueinander betrachtet werden.

DIN 50133 Bl. 1 und 2; Weiler (1990)

1.9.3.3 Härteprüfung nach Rockwell

Das 1919 veröffentlichte Härteprüfverfahren nach Rockwell ist wegen seiner bequemen und schnellen Handhabung (keine subjektiven Ablesefehler) das meist angewandte Härteprüfverfahren. Der Eindringkörper ist entweder ein Kegel aus Diamant mit gerundeter Spitze (Kegelwinkel 120°, Radius der Kugelkalotte 0,200 mm) oder eine Kugel aus Stahl (D = 1,5875; 3,175 mm). Bei der Bestimmung eines Härtewertes nach Rockwell wird der Eindringkörper in die Oberfläche der Probe zunächst unter Prüfvorkraft (F_0) eingedrückt und das Tiefenmeßsystem in Nullposition gebracht (Bezugsoberfläche). Die Kraft wird um die der Prüfzusatzkraft (F_1) auf die Prüfgesamtkraft (F) erhöht. Nach einer bestimmten Einwirkdauer wird die Prüfzusatzkraft und damit der elastische Anteil der Eindringtiefe zurückgenommen. Gemessen wird dann die bleibende Eindringtiefe (h) in mm, die als Maß für die Rockwellhärte dient. In manchen Anzeigeeinheiten wird heute direkt die berechnete Rockwellhärte ausgegeben, s. Fig. 1.84.





Die verschiedenen Härteskalen nach Rockwell unterscheiden sich durch Eindringkörper, Prüfvorkraft, Prüfgesamtkraft und Definition des Härtewertes aus der bleibenden Eindringtiefe (*h*). Die Härte wird nach der Formel berechnet:

$$HR = N - \frac{h}{S}$$
(1.126)

wobei für N ein Zahlenwert (100 oder 130) und für S der Skalenfaktor (0,001 oder 0,002) eingesetzt wird.

Tab. T 1.14 in Band 3; DIN EN 10109 Teil 1, 2, 3; DIN ISO 3738

1.9.3.4 Universalhärteprüfung

Bei der Universalhärteprüfung wird die Prüfkraft (F) senkrecht zur Oberfläche stufenweise kontinuierlich über Rechnersteuerung aufgebracht. Gemessen wird die Eindringtiefe (h) unter Prüfkraft kontinuierlich oder bei jeder Stufe. Der Eindringkörper ist eine gerade Pyramide aus Diamant mit quadratischer Grundfläche und einem

1.9.3 Härte

Flächenwinkel von 136° (Vickersdiamant). Als Prüfkräfte werden je nach Prüfmaschine Bereiche zwischen 0,4 mN bis 1000 N verwendet. Der Härtewert wird über folgende Formel berechnet:

$$HU = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,43 \ h^2} \ N/mm^2 \tag{1.127}$$

Der Nullpunkt wird aus dem Kraft-Eindringtiefen-Diagramm rechnerisch ermittelt. Durch die kleinen Prüfkräfte, und die damit verbundenen kleinen Eindrücke, können mit diesem Verfahren auch dünne Schichten gemessen werden, die mit anderen Verfahren nur als integraler Wert aus Schicht und Matrix zu messen wären. Das Verfahren läßt sich auch bei sehr hohen Härten wie denen von Hartmetall und Keramik und sehr niederen Härten wie denen von Lacken verwenden. Da der Eindruck nicht lichtoptisch ausgewertet werden muß, entfällt der subjektive Fehler und es läßt sich auch die Härte von Werkstoffen messen, die keine reflektierende Oberfläche besitzen. Die ermittelten Härtewerte sind nur bei übereinstimmenden Prüfbedingungen vergleichbar. Da die Tiefenmessung unter steigender und unter fallender Prüfkraft durchgeführt wird, können Werkstoffeigenschaften wie Zähigkeit, E-Modul und Tiefenprofil der Härte direkt bestimmt und zur Probencharakterisierung verwendet werden. Da sehr kleine Werkstoffbereiche untersucht werden, ist bei geringfügiger Heterogenität des Werkstoffes bereits mit einer starken Streuung der Härtewerte zu rechnen.

S. Technical Report 556 des ISO/TC 164/SC 3

1.9.3.5 Härteprüfung an Kunststoff und Gummi (K. Müller)

Der Härteprüfung an Polymerwerkstoffen liegt (wie bei Metallen) die Definition "Härte = Widerstand gegen Eindringen eines härteren Körpers" zugrunde. Kennzeichnende Unterschiede für die Anwendung der Härteprüfung ergeben sich aus der makromolekularen Struktur der Polymerwerkstoffe. Besondere Bedeutung haben daher Verfahren, bei denen die Eindringtiefe des Eindringkörpers (Kugel, Kegel, Pyramide) unter wirkender Prüfkraft als Kriterium für die Härte dienen. Grund: Bei Kunststoffen und Gummi stellt der (entropie- oder gummi-)elastische bzw. viskoelastische Deformationsanteil in der Regel den maßgeblichen Betrag der Gesamtdeformation dar.

Bei Verfahren dieser Art werden im Eindruckbereich Beanspruchungen erzeugt, die je nach Werkstoffart und -zustand

- eine maßgebliche plastische Verformung hervorrufen, die den Prüfeindruck bewirkt (z. B. bei ABS¹)/Acrylnitril-Butadien-Styrol/-Copolymeren),

- eine Verformung hervorrufen, deren plastischer und elastischer Anteil für die Größe des Prüfeindruckes maßgeblich ist (z. B. PE¹)/Polyethylen/) oder

- keine plastische Verformung hervorrufen (z. B. bei weichgemachten Kunststoffen oder Elastomeren).

Aus dem unterschiedlichen Stoffverhalten ergeben sich Zweckmäßigkeit oder Notwendigkeit, den Prüfeindruck entweder "unter Prüfkraft" oder "nach Wegnahme der Prüfkraft" meßtechnisch zu erfassen. Grundlage für die Ermittlung der Härtezahl sind dabei: Geometrie des Prüfeindruckes, Prüfkraft und Auswertungsmodus.

Aufgrund der makromolekularen Struktur der Kunststoffe können bei der Härtemessung bereits im Bereich der Raumtemperatur²) folgende Einflüsse wesentlich sein:

- Abweichungen der Prüf- von der Nenntemperatur;

- Abweichungen von der Nenn-Belastungsgeschwindigkeit;

- Abweichungen von der Nenn-Einwirkdauer der Prüfkraft (Kriechen und damit Tendenz zur Ermittlung "zu kleiner" Härtezahlen, insbesondere bei Thermoplasten);

- Zeitspannen, Temperatur und Einwirkung umgebender Medien (einschließlich trockener oder feuchter Luft) zwischen Herstellung und Prüfung des Werkstoffs (Erzeugnisses).

Ähnlich wie bei Metallen wirken sich herstellungs- bzw. verarbeitungsbedingte Anisotropie und Inhomogenität auf die ermittelte Härte aus; z. B.:

- Orientierungen (Molekül- und/oder Füllstofforientierung infolge von Fließvorgängen beim Spritzgießen, Extrudieren oder Recken);

- Eigenspannungen (infolge Vernetzungsreaktionen, Abkühlvorgängen oder Nachdruckbedingungen beim Spritzgießen);

 amorphe und kristalline Gefügeausbildung (bei teilkristallinen Thermoplasten wie PA¹)/ Polyamid/; POM¹)/Polyoxymethylen/ oder PE¹)/Polyethylen/);

Art und Anteil von Füll- und Verstärkungsstoffen (z. B. bei glasfaserverstärkten Kunststoffen).
 Die Vielfalt verfügbarer Härteprüfverfahren ergibt sich aus

- der Verschiedenartigkeit der Polymerwerkstoffe (Thermoplaste, Duroplaste, Elastomere);

- der Verschiedenartigkeit der Erzeugnisse (Massivwerkstoffe, Beschichtungen, Lacke, Fertigteile);

- der Art der Aufgabenstellung (z. B. Zwang zum Einsatz ortsunabhängig verwendbarer [Hand-] Geräte);

- Forderungen an die Meßsicherheit oder die Wirtschaftlichkeit.

Auswahlkriterien: Die Entscheidung für die Wahl eines bestimmten Härteprüfverfahrens wird im wesentlichen beeinflußt durch

- Werkstoff bzw. Härte der Probe (ein grober Anhalt über die Härte ist stets erforderlich, entweder durch Vorversuch oder anhand Tab. T 1.15 in Band 3);

- Form, Abmessungen und beabsichtigte Weiterverwendung der Probe (des Erzeugnisses);

- Meßsicherheit und/oder Wirtschaftlichkeit des Verfahrens sowie Verfügbarkeit von Geräten.

Als Entscheidungshilfe für die Auswahl geeigneter Verfahren zur Makro- und Kleinlasthärteprüfung dient Tab. T 1.16 in Band 3. Einen Überblick über Mikrohärteprüfverfahren gibt Fig. 1.85 (Eyerer (1978)). Hinsichtlich Vergleichbarkeit und Umwertung von Härtezahlen sowie Rückschlußmöglichkeiten auf andere Werkstoffeigenschaften gilt prinzipielll 1.9.3, letzter Absatz.

In der meßtechnischen Praxis haben sich folgende Verfahren durchgesetzt:

- Kugeldruckhärte, DIN ISO 2039 (für/relativ harte/Kunststoffe; Tab. T 1.17 in Band 3);

- Shore-A- und -D-Härte, -DIN 53505 (für Elastomere, weiche Kunststoffe, Thermoplaste; Tab. T 1.18 und T 1.19 in Band 3);

- Barcolhärte, DIN EN 59 (für harte Kunststoffe; Tab. T 1.20 in Band 3);

- Vickershärte, keine Norm (für Kunststoffe und Kunststoff-Beschichtungen, überwiegend für wissenschaftliche Zwecke; Tab. T 1.21 in Band 3);

- Eindruckwiderstand nach Buchholz, DIN 53153 (für Anstriche und Kunststoffbeschichtungen; Tab. T 1.22 in Band 3);

- Universalhärte, keine Norm (für sämtliche Werkstoffe - von Weichgummi bis Saphir - anwendbar; (Weiler u. a. (1990)).

1.9.4 Viskosität



Fig. 1.85 Methoden zur Ermittlung der Mikrohärte an Polymerwerkstoffen (Schema) nach Eyerer (1978)

1.9.4 Viskosität (G. Meerlender)

1.9.4.1 Grundlagen und Definitionen

Die Viskosität kennzeichnet den Zusammenhang zwischen äußeren Kräften und Verformungsgeschwindigkeiten in einem fließfähigen Stoff. Beim viskosen Fließen wird mechanische Arbeit in Wärme verwandelt. Definiert wird die Viskosität durch die Koeffizienten in den Gln. (1.128) für ein Volumenelement im Koordinatenursprung.

$$p + \frac{1}{3} \cdot (\sigma_{x} + \sigma_{y} + \sigma_{z}) = \eta_{v} \cdot \left(\frac{\partial v_{x}}{\partial x} + \frac{\partial v_{y}}{\partial y} + \frac{\partial v_{z}}{\partial z}\right)$$

$$\sigma_{x} = \eta_{D} \cdot \frac{\partial v_{x}}{\partial x}; \qquad \tau_{xy} = \eta \cdot \frac{\partial v_{x}}{\partial y}$$
(1.128)

Die Volumenviskosität η_v ist für das zähe Kompressions- oder Dilatationsfließen maßgebend (Schallabsorption, pulsierende Kugel, p ist der isotrope Druck, s. Kneser (1949), Rosenhead (1954).

Die Dehnviskosität η_D gilt für die Dehnströmung unter der Zugspannung σ . Es gibt zwei Grundformen, den einachsigen und den zweiachsigen Zug. Zur Einführung: Böhme (1981), ausführlich: Petrie (1979). Die Dehnströmung hat technische Bedeutung, z. B. beim Ziehen von Glasrohren, Spinnen und Folienblasen.

Die (Scher-)Viskosität η für die Scherströmung unter der Schubspannung τ (s. DIN 1342 Teil 1 und 2, DIN 13342, DIN 51550) ist am bekanntesten (Strömungen,

185

Schmiertechnik, Beschichten, chemische Verfahrenstechnik). Zur Unterscheidung von der kinematischen Viskosität ν (= Viskositäts-Dichte-Verhältnis) heißt η auch dynamische Viskosität. Die Benennung "dynamisch" für die Schwingungsviskosität (oszillierende Scherung) kommt außer Gebrauch. Der Kehrwert von η heißt Fluidität.

In Viskosimetern zur Bestimmung der Scherviskosität werden definierte Schichtenströmungen angestrebt. Dann sind die Schubspannung und das zugehörige Geschwindigkeitsgefälle sowie ihre Verteilung über das Fließfeld zu berechnen. Ausreichend sicher meßbar sind z. Z. nur integral resultierende Kräfte und Geschwindigkeiten außerhalb des Fließfeldes. Das Geschwindigkeitsgefälle *D* ist der Gradient der Bahngeschwindigkeit *v* senkrecht zu den Schichten oder Scherflächen der Strömung. Insgesamt bilden die Gradienten $\partial v_i / \partial q_k$ einen asymmetrischen Tensor; die Scherkomponenten $\dot{\gamma}$ des symmetrischen Teils dieses Tensors heißen Schergeschwindigkeiten. Bei rheologisch einfachen Flüssigkeiten sind \dot{y}_{ik} und $\partial v_i / \partial q_k$ energetisch gleichwertig. Für das Geschwindigkeitsgefälle sind konvektive Koordinaten maßgebend (zu beachten bei gekrümmten Stromlinien in gekrümmten Scherflächen).

Die SI-Einheit der Viskosität ist Pa \cdot s (N \cdot s/m²). Für kleine und mittlere Viskositäten ist die Untereinheit mPa \cdot s (früher Centipoise) gebräuchlich, für die kinematische Viskosität die Untereinheit mm²/s (früher Centistokes). Im Bereich hoher Viskositäten werden dPa \cdot s (Glasviskositäten) und Pa \cdot s (Kunststoffschmelzen) gebraucht. Schubspannungen werden in Pa oder mPa, Geschwindigkeitsgefälle in s⁻¹ angegeben. Umrechnungstabellen in andere Viskositätseinheiten s. Ubbelohde (1964), Muschelknautz und Heckenbach (1980), Meskat (1964).

Die relative Viskositätsänderung $(\eta - \eta_s)/\eta_s$ einer Lösung $(\eta_s$ Lösemittel-Viskosität) als Funktion der Konzentration des gelösten Stoffes B wird durch die Gln. (1.129) beschrieben (Stoffmengenkonzentration c_B).

$$\frac{\eta - \eta_s}{\eta_s} = a \cdot \sqrt{c_{\rm B}} + b \cdot c_{\rm B}; \qquad \frac{\eta - \eta_s}{\eta_s} = J_v^* \cdot \varphi_{\rm B} = J_v \cdot \beta_{\rm B}$$
(1.129)

In der Jones-Dole-Gleichung für Elektrolytlösungen stammt das Glied mit der Konstante *a* von der Wechselwirkung zwischen den Ionen, das mit *b* von der Solvatation der Ionen, Kaminski (1957). Bei nichtionischen Lösungen tritt das erste Glied nicht auf, J_v^* heißt Viskositätszahl. Für die technische Viskositäts-"Zahl" J_v wird die Massenkonzentration β_B statt des Volumenanteils φ_B verwendet. Die Grenzwerte J_g^* und J_g für kleine Konzentrationen und Schubspannungen können als Maß für den Polymerisationsgrad gelöster hochmolekularer Stoffe dienen (vgl. Peterlin (1953) und Kulicke (1986)). Die Viskositätszahlen J_v^* und J_g^* ergeben sich aus der Theorie. Um Verwechslungen zu vermeiden, wurden für die (dimensionsbehafteten) technischen Viskositäts-"Zahlen" in DIN 1342 Teil 2 andere Benennungen vorgeschlagen: für J_v Staudinger-Funktion, für J_g Staudinger-Index; beide werden in cm³/g angegeben. Die Bestimmung von J_v ist Gegenstand genormter Prüfverfahren für Kunststoffe (z. B. DIN 53728 Teil 1, 3 und 4).

1.9.4.2 Fließverhalten (Rheologie)

Zur Einführung s. Böhme (1981), Kulicke (1986), Barnes u.a. (1989). Als Fließgesetz bezeichnet man die Gesamtheit der Gleichungen, die zur Beschreibung des für ein Fluid typischen Verformungsverhaltens (des Fließverhaltens) erforderlich sind. In den einfachsten Fällen sind das die Beziehungen für η und η_D im Gleichungssystem (1.128). Die Viskositätskoeffizienten η und η_D hängen im allgemeinen vom Stoff bzw. von der Zusammensetzung des Stoffsystems sowie von den Einflußgrößen Temperatur und Druck ab. Einflüsse elektrischer oder magnetischer Felder auf die Viskosität einiger

1.9.4 Viskosität

Stoffsysteme bleiben hier außer Betracht, d. h. es werden nur Fluide behandelt, in denen alle verformenden Kräfte mechanisch über die unmittelbar benachbarten Flüssigkeitsteilchen übertragen werden (rheologisch einfache Fluide: Prinzip der lokalen Wirkung; Truesdell und Noll (1965)).

Newtonsches Flüssigkeitsverhalten liegt vor, wenn die Koeffizienten η und η_D konstant sind, d. h. nicht von der Verformungsgeschwindigkeit bzw. der verformenden Kraft und auch nicht von deren Einwirkungsdauer abhängen. In den Bereichen newtonschen Verhaltens gilt $\eta_D = 3 \cdot \eta$ (Trouton-Verhältnis 3). Damit genügt die Bestimmung nur einer Stoffkonstanten (in der Regel η) zur vollständigen Beschreibung des Fließverhaltens. Newtonsches Verhalten weisen alle Gase, praktisch alle einfachen niedermolekularen Flüssigkeiten und niedrigviskosen klaren Schmelzen auf, aber auch Glasschmelzen sowie Mineralöle ohne Zusätze und bei Temperaturen oberhalb der Paraffinausscheidung.

Unter nicht-newtonschem Flüssigkeitsverhalten wird eine Vielzahl von Erscheinungsformen zusammengefaßt, deren Beschreibung rheologische Stoff-Funktionen oder deren modellmäßige Wiedergabe mit Hilfe von Formeln mit mehreren Konstanten erfordert. Phänomenologisch lassen sich drei Gruppen unterscheiden: a) nicht-lineare Beziehungen zwischen verformenden Spannungen und Verformungsgeschwindigkeiten, b) Viskositätskoeffizienten mit abklingender Zeitabhängigkeit und newtonschem Verhalten im Endzustand und c) nicht-lineares Verhalten mit Zeitabhängigkeit. In der Praxis ist noch immer die Bestimmung des nicht-linearen Fließverhaltens ohne Zeitabhängigkeit am häufigsten (genauer: die Zeitabhängigkeit ist zu vernachlässigen oder geht durch die Art der Versuchsführung nicht in die Messung ein).



Fig. 1.86 Fließ- und Hysteresekurven, schematisch:

a) Verallgemeinerte newtonsche Flüssigkeiten

b) Viskoplastische Stoffe

c) Thixotrope und

d) Antithixotrope Flüssigkeit

Beim nichtlinear-reinviskosen Fließen hängen die Viskositätskoeffizienten η und η_D in Gln. (1.128) eindeutig von der Scher- bzw. Dehngeschwindigkeit ab. Diese Stoffe heißen auch verallgemeinerte newtonsche Flüssigkeiten, weil die Anzahl der Gleichungen im Fließgesetz nicht größer ist als bei newtonschen Flüssigkeiten. Die grafische Darstellung der Stoff-Funktion heißt Viskositätskurve, die Auftragung D gegen τ Fließkurve, s. Fig. 1.86a. Kurve 1 gibt das newtonsche Fließverhalten wieder. Die Kurventypen 2 (3) beschreiben die Strukturviskosität (Dilatanz) oder Scherentzähung (Scherverzähung), d. h. eine mit steigender Schubspannung abnehmende (zunehmende) Viskosität. Fig. 1.87a zeigt zwei typische Formen von Viskositätskurven scherentzähender Flüssigkeiten. Zur Darstellung von Fließ- und Viskositätskurven durch Näherungsformeln s. DIN 13342 und DIN 53014 Teil 1. Bei scherentzähenden Flüssigkeiten kann die Dehnviskosität $\eta_{\rm D}$ mit steigender Schubspannung zunächst zunehmen, das Trouton-Verhältnis steigt vom Wert 3 für $\tau \rightarrow 0$ mitunter um eine Größenordnung, η_D geht dann über ein Maximum (Laun u. Münstedt (1978)). $\eta_{\rm D}$ ist der Viskositätskoeffizient der einachsigen Dehnung, er kann von dem der zweiachsigen verschieden sein. Nichtlineares Fließen ist bei Suspensionen, Kolloiden, Schmelzen und Lösungen von Hochpolymeren anzutreffen. Die Scherverzähung tritt seltener auf als die Scherentzähung.

Den Fließkurventypen der visk oplastischen Stoffe (Fig. 1.86b) ist die Existenz einer Fließgrenze gemeinsam, einer Subspannung τ_f , unterhalb derer sich der Stoff als Festkörper verhält. Darüber treten die Fließkurventypen der Fig. 1.86a auf (Kurve 4: Bingham-Körper). Dieses einfache Bild ergibt sich meist nur dann, wenn die Fließkurve so weit wie in Fig. 1.86b angedeutet auf die Schubspannungsachse hin extrapoliert wird (meßtechnisch war es früher nicht anders möglich). Fig. 1.87b zeigt zwei reale Erscheinungen im Nahbereich der Fließgrenze. Für die Anwendung viskoplastischer Stoffe ist in der Regel gerade der Nahbereich maßgebend. Dabei kommt es auch darauf an, ob die Fließgrenze vom festen Zustand her erreicht wird (Zahnpasta, Streichfette) oder vom flüssigen (Anstrich- oder Klebstoffe). Viskoplastisches Verhalten zeigen Stoffe wie feuchter Ton, Kitt, Fette, Pasten, Kleister, Breie und Schleime, aber auch Schäume und feste rieselfähige Schüttgüter. Von plastischen Stoffen spricht man, wenn keine Verwechslung mit dem elastoplastischen Verhalten möglich ist. Eine zur Fließgrenze duale Diskontinuität im Fließverhalten wird in neuerer Zeit untersucht: eine Fließverfestigung innerhalb eines engen Bereichs des Geschwindigkeitsgefälles (Savins (1968), Bauer u.a. (1986), Laun (1988)).

Beim zeitabhängigen Fließverhalten wird die Viskosität des Stoffes durch den Fließvorgang selbst während endlicher Zeitspannen verändert. Bleibende Änderungen (Rheomalaxie) sind als Stoffumwandlungen aufzufassen. An reversiblen Änderungen sind sowohl Viskositätsabnahme (Thixotropie) als auch Viskositätszunahme (Rheopexie, Antithixotropie) an Suspensionen und Kolloiden bekannt. Die Erscheinungen führen im D- τ -Diagramm zu Hysteresekurven, wenn das Geschwindigkeitsgefälle nach einem festgelegten Zeitprogramm vom Ruhezustand her auf einen Maximalwert gesteigert und dann wieder gesenkt wird (Fig. 1.86c und 1.86d). Zur Thixotropie gehört auch die Verflüssigung von Zementbrei durch Vibration. Dieser Vorgang verläuft sehr rasch, während bei der Aufnahme von Hysteresekurven Einstellzeiten von Minuten bis Tagen die Regel sind. Thixotropie und Antithixotropie waren von der Meßtechnik her die am leichtesten zu bemerkenden Zeiteinflüsse. Eine allgemeinere Betrachtungsweise ordnet diese Flüssigkeiten in die Klasse der Stoffe mit schwindendem Gedächtnis ein, zu der auch alle Formen viskoelastischer Stoffe gehören.

Die Theorie der linearen Viskoelastizität (Giesekus (1963), Tschoegl (1989), DIN 13343) erfaßt auch Flüssigkeiten, in denen die Verformungsarbeit nicht sofort vollständig in Reibungswärme verwandelt, sondern z. T. vorübergehend elastisch gespeichert wird. Die Zeitkonstanten für die



Fig. 1.87 Beispiele nicht-newtonschen Fließverhaltens

- a) Typische Viskositätskurven von Polymer-Schmelzen oder -Lösungen; Kurve 1: vereinfachter Carreau-Typ (s. Geiger u. Kühnle (1984)); Kurve 2: Ostwald-De Waele-Typ (Potenzgesetz)
- b) Nahbereich von Fließgrenzen realer viskoplastischer Stoffe
- c) Anlauf- und Rückstellversuch (s. DIN 13343) einer viskoelastischen Flüssigkeit vom Typ A3-B2 nach Giesekus (1963)

1.9.4 Viskosität

Umwandlung in Reibungswärme (Relaxations- und Retardationszeiten) sind auch für die Zeitabhängigkeit der Viskosität maßgebend. Sie betragen in einfachen niedermolekularen Flüssigkeiten 10⁻¹² bis 10⁻¹⁰ s (s. Eucken (1949)), bei Gläsern im Transformationsintervall 10² bis 10⁴s, so daß bei der Bestimmung von Glasviskositäten ab 10¹⁰ dPa · s auf die Zeitabhängigkeit geachtet werden muß (s. DIN 52312 Teil 3). Von elastischen Flüssigkeiten spricht man jedoch meist nur dann, wenn diese Zeitkonstanten im Vergleich zu denen sonstiger Flüssigkeiten gleicher Viskosität ungewöhnlich hohe Werte besitzen. In Fig. 1.87c wird der zeitliche Verlauf der Dehnung und der Dehngeschwindigkeit dargestellt, wenn ein Faden aus einer (genügend hochviskosen) elastischen Flüssigkeit zum Zeitpunkt t_0 mit einer Zugspannung σ einachsig belastet und zum Zeitpunkt t₁ entlastet wird (Anlauf- und Rückstellversuch – analoge Verhältnisse herrschen bei der Schubverformung). Man unterscheidet Anlauf-, Übergangs- und Gleichgewichtsverhalten der elastischen Flüssigkeit. Die Breite des Übergangsbereichs, also die "Reichweite" des Gedächtnisses, wird durch eine Stoffkonstante (hier die Relaxationszeit) bestimmt. Als Deborah-Zahl De definiert man das Verhältnis aus einer solchen Zeitkonstante und der Zeitspanne (hier $t_1 - t_0$), die für die Beobachtung des Fließvorganges (oder auch für einen technischen Verarbeitungsprozeß) zur Verfügung steht. Bei De≈1 wird nur der wesentliche Teil des Übergangsverhaltens beobachtet (in Fig. 1.87c ist $De \approx 0.2$). Bei $De \ll 1$ sind keine elastischen Eigenschaften feststellbar, der Stoff erscheint als reinviskose Flüssigkeit (gestrichelte Kurven in Fig. 1.87c). Der stationäre Fließzustand heißt viskosimetrisches Fließen, wenn die gesamte an der Messung beteiligte Flüssigkeit dieser Bedingung unterworfen ist (am leichtesten in Rotationsviskosimetern zu ereichen, bei Kapillarviskosimetern außerhalb der Einlaufstrecke, Bagley-Korrektion, s. 1.9.4.4). Die Untersuchung der Anlauf- und Rückstell-Anfangsphase (De ≥ 1) erfordert meist einen größeren experimentellen Aufwand.

Zur Kennzeichnung viskoelastischen Flüssigkeitsverhaltens wird auch das Ein- und Ausschalten einer vorgegebenen Verformungsgeschwindigkeit und Beobachtung des zeitlichen Spannungsverlaufs sowie Beanspruchung durch harmonische Schwingungen herangezogen (Schwingungsviskosimeter). Zu den Beziehungen zwischen diesen "Grundversuchen" vgl. DIN 13343. Für linearviskoelastische Flüssigkeiten gilt: a) unter den Bedingungen viskosimetrischen Fließens erscheinen sie als newtonsche Flüssigkeiten, b) ihr Übergangsverhalten verläuft beim Ein- wie beim Ausschalten einer Beanspruchung nach dem gleichen Zeitgesetz (gleiche Reichweite des Gedächtnisses, s. Fig. 1.87c), c) die Viskosität kann im Übergangsbereich nur zunehmen, d) bei der Überlagerung mehrerer Beanspruchungen ist die "Antwort" des Stoffes nur die Summe der Einzelantworten (Superpositionsprinzip).

Auch bei den nichtlinear-viskoelastischen Flüssigkeiten wird die Reichweite des schwindenden Gedächtnisses durch eine geeignet auszuwählende charakteristische Zeit gekennzeichnet. Die Deborah-Zahl hat gerade bei dieser Stoffklasse technische Bedeutung erlangt. Anders als beim linearen Verhalten gilt: a) unter den Bedingungen viskosimetrischen Flüßens erscheinen sie als verallgemeinerte newtonsche Flüssigkeiten, b) die Reichweite des Gedächtnisses kann beim Einschalten einer Beanspruchung anders sein als beim Ausschalten, c) die Gleichgewichtsviskosität muß nicht der Maximalwert von $\eta(t)$ sein, d) statt des Superpositionsprinzips gilt nur noch das Kausalitätsprinzip, d. h. eine neu auftretende Beanspruchung kann die vorgefundene Gedächtnisfunktion zwar modifizieren, aber nicht rückwirkend. Darüber hinaus gehören zur vollständigen Beschreibung des Fließverhaltens zwei weitere Stoff-Funktionen: die Normalspannungskoeffizienten, Ψ_1 und Ψ_2 (SI-Einheit Pa \cdot s²), die im allgemeinen Funktionen des Geschwindigkeitsgefälles sind.

$$\begin{aligned} \Psi_1 &= N_I/D^2 & N_1 = \sigma_x - \sigma_y \\ \Psi_2 &= N_2/D^2 & N_2 = \sigma_y - \sigma_z \end{aligned} \tag{1.130}$$

Hierbei sind N_1 und N_2 die erste und zweite Normalspannungsdifferenz, x ist die Strömungsrichtung, y die Richtung des Geschwindigkeitsgefälles in der Schichtenströmung und z die indifferente Richtung. Auf die Existenz der Normalspannungsdifferenzen wurde man aufmerksam durch den nach seinem Entdecker benannten Weissenberg-Effekt: die viskoelastische Flüssigkeit kriecht an einem in sie eintauchenden rotierenden Stab hoch.

Grundsätzlich sollten auch in linear-viskoelastischen Flüssigkeiten Normalspannungsdifferenzen in Schichtenströmungen auftreten, weil die in einem Volumenelement der Flüssigkeit gespeicherte Spannung während ihres Relaxierens aus der Richtung herausgedreht wird, in der sie die Spannung aufnahm. In der Regel ist das ohne praktische Bedeutung, weil das als Weissenberg-Zahl We definierte Produkt aus der charakteristischen Relaxationszeit und dem anwendbaren Geschwindigkeitsgefälle zu klein ist (das Volumenelement rotiert zu langsam für die Reichweite des Gedächtnisses). Andererseits ist es aus Gründen des molekularen Aufbaus der Flüssigkeit schwer, bei We > 0,5 lineares Verhalten anzutreffen (seltene Ausnahmen s. Boger (1977/78)). Routinierte Messungen an Polymerschmelzen, deren Viskositätskurve zu kleinen Geschwindigkeitsgefällen hin in einen newtonschen Bereich einmündet (s. Fig. 1.87a, Kurve 1), zeigen dort auch eine Tendenz zu einem konstanten Wert des ersten Normalspannungskoeffizienten Ψ_1 , also zu linear-viskoelastischem Verhalten (s. Fig. 7 bei Laun (1978)).

Schichtenströmungen mit Weissenberg-Zahlen We > 1 treten bei Polymer-Lösungen und -Schmelzen im Bereich nicht-linearen Fießverhaltens häufig auf und beeinflussen Fertigungsprozesse (z. B. Strangaufweitung beim Extrudieren), können Viskositätsmessungen stören (Weissenberg-Effekt, Sekundärströmungen), können auch nützlich sein (erhöhte Tragfähigkeit von Schmierfilmen in Gleitlagern). Auch die Stoff-Funktionen Ψ_1 und Ψ_2 sind zeitabhängig und gehen gegen das Gleichgewichtsverhalten; damit wird die Elastizität der Flüssigkeit im Zustand viskosimetrischen Fließens nachgewiesen.

Die Gesamtheit dieser rheologischen Stoff-Funktionen kennzeichnet eine Flüssigkeit schärfer als die Viskositätskurve allein; so sind z. B. bei Hochpolymeren empirische Aussagen über Polymerisationsgrad, Molmassenverteilung und Verzweigungsgrad möglich, vgl. Münstedt bei Kulicke (1986). Mathematische Modelle sollen die Funktionen des Stoffgesetzes beschreiben. Man unterscheidet differentielle und integrale Modelle (s. die Einführungen). Langborn u. McKay (1974) geben Beispiele für die Auswertung ihrer experimentellen Daten zur Ermittlung der Konstanten eines differentiellen Modells von Oldroyd. Das integrale Modell von Wagner (1977) wird bei Laun (1978) dazu verwendet, aus der Viskositätskurve einer Polymerschmelze und Schwingungsmessungen im linearen Bereich die Funktion Ψ_1 zu berechnen, die durch die gemessenen Werte bestätigt wird.

1.9.4.3 Darstellung und Größenordnung der Viskositätswerte

Bei der Absolutbestimmung der Viskosität werden die Kraft, der Volumenfluß, die Maße und die Form der Fließfeldberandung bestimmt. Die Verteilung der Spannungen und Verformungsgeschwindigkeiten im Fließfeld muß bekannt sein. Im Prinzip stehen viele Lösungen zur Wahl, doch bleibt nur bei wenigen Realisierungsmöglichkeiten die Auswirkung systematischer Fehler überschaubar. Zuverlässige Messungen mit Absolutviskosimetern sind meist mit großem apparativem Aufwand und schwieriger Handhabung verbunden, s. Marvin (1971).

Relativbestimmungen mit Viskosimetern, die mit Fluiden bekannter Viskosität (Viskositäts-Referenzflüssigkeiten) kalibriert werden, sind einfacher und schneller durchzuführen. Als Referenzgase für die Viskosität sind z. B. Helium, Stickstoff und Luft verwendbar (Tab. T 1.23 in Band 3, Dawe u. Smith (1970)). Referenzflüssigkeiten werden z. B. von Staatsinstituten abgegeben, die eine Viskositäts-Skala realisieren, s. Marsh (1987), und die aktuellen Listen dieser Institute. Diese Skalen beruhen auf dem Wert für Wasser bei 20°C mit 1,002 mPa · s (Basiswert der praktischen Viskosimetrie, s. Marvin (1971)). Früher wurden vorwiegend konventionelle Prüfgeräte verwendet, deren Mcßwerte für die Viskosität (Engler-Grad, Redwood-Sekunde u. a.) in unbekannter Weise mit der physikalischen Größe η nach Gl. (1.128) zusammenhängen. Später wurden empirische Beziehungen ermittelt, so daß für ältere Daten Umrechnungstabellen existieren (Ubbelohde (1965)).

1.9.4 Viskosität

Die Viskosität der Gase liegt bei Umgebungs-Druck und -Temperatur etwa zwischen 6 und $30 \,\mu$ Pa · s und nimmt mit steigender Temperatur zu. In den Gln. (1.131) sind hierfür Näherungen aus der kinetischen Gastheorie aufgeführt.

$$\eta = \eta_0 \cdot \sqrt{\frac{T}{T_0}}; \qquad \eta = \eta_0 \cdot \sqrt{\frac{T}{T_0}} \cdot \frac{1 + C/T_0}{1 + C/T}; \eta = \frac{5 \cdot \sqrt{\pi \cdot m \cdot k \cdot T}}{16 \cdot \pi \cdot \sigma^2 \cdot \Omega^{(2,2)^*}}$$
(1.131)

a) ideales Gas. b) Berücksichtigung zwischenmolekularer Anziehung durch die Sutherland-Konstante C (Formel anwendbar für Temperaturintervalle bis 200°C, Wert der Kontante C für Luft ca. 115 K). c)Anwendung der Enskog-Chapman-Theorie (Temperaturintervalle bis über 1000°C, s. z. B. Lee u. Bobbitt (1969)). Die Molekularparameter (m, k, σ) sind bei Hirschfelder u. a. (1964) zusammengestellt; dort und allgemeiner bei Schramm (1969) sind die Werte der Stoßintegrale $\Omega^{(2,2)*}$ tabelliert. Die Viskosität idealer Gase ist druckunabhängig.

Bei realen Gasen ist der Druckeinfluß unterhalb $0, 1 \cdot p_k$ (p_k kritischer Druck) zu vernachlässigen; bis $0, 2 \cdot p_k$ steigen die Viskositäten um 1 bis 2% an. Viskositätswerte aller reinen Gase und vieler Gemische sind tabelliert: Golubev u. Gnezdilov (1971); Stephan u. Lucas (1979).

Der Viskositätsbereich newtonscher Flüssigkeiten erstreckt sich etwa von 0,2 bis 5 mPa·s, wenn sie aus kleineren Molekeln bestehen, bei besonderen Moleküleigenschaften bis 50 mPa·s, in seltenen Fällen (Wasserstoffbrücken-Netzwerke mit sterischen Hinderungen) bis 10^4 mPa·s. Noch höhere Viskositäten erreichen geeignete Vielstoffgemische (Mineralöle) oder Polymere. Die weitesten Bereiche sind bei glasig erstarrten Schmelzen (Ausbleiben der Kristallisation) meßtechnisch erfaßt (z. B. bei Silikatgläsern 10 bis 10^{17} dPa·s). Das Viskositäts-Temperatur (VT)-Verhalten wird durch Formeln mit zwei bzw. drei adjustierbaren Parametern beschrieben

$$\ln \eta = a + \frac{b}{T}; \qquad \lg \lg (\nu + 0, 8) = K - m \cdot \lg T$$
(1.132)

(a und b bzw. K und m sind Kontanten). Die Anwendbarkeit der einfachen Aktivierungsgleichung ist beschränkt. Die Formel von Walther (DIN 51563) ist für viele Zwecke ausreichend und hat den Vorteil, in einem Diagramm mit entsprechenden Achsenteilungen das VT-Verhalten durch Geraden darzustellen. Von den Formeln mit drei stoffspezifischen Konstanten – A, B und C in den Gln. (1.133) nach Vogel, Jenckelu. Sturm – ist für Mineralöle die erste auch als zweiparametrige Gleichung mit festgelegtem C-Wert

$$\ln \eta = A + \frac{B}{T+C}; \qquad \ln \eta = A + \frac{B}{T} + \frac{C}{T} \cdot e^{B/T};$$
$$\ln \eta = A - B \cdot \ln \left(1 - \frac{C}{T}\right)$$
(1.133)

gebräuchlich (Rost (1955)). Als dreikonstantige Formeln sind die von Vogel u. Sturm am leistungsfähigsten; letztere gewinnt für große Temperaturbereiche durch Erweiterung auf eine vierkonstantige Form. Modellmäßige Deutungen der Formeln werden bei Rost (1955), Sturm (1981) und Meerlender (1967) diskutiert. Alle diese Formeln beschreiben das VT-Verhalten über sehr weite Viskositätsbereiche und dementsprechend hohe Viskositäten im Sinne einer stärkeren Viskositätszunahme mit abnehmender Temperatur als nach der einfachen Aktivierungsgleichung. Abweichungen hiervon im Gegensinne können bei chemisch einheitlichen niedrigviskosen Flüssigkeiten auftreten (beginnender Einfluß der kritischen Temperatur, s. PTB Stoffdatenblätter (1992)). Von Extremfällen und seltenen Anomalien abgeschen liegt der Temperaturkoeffizient ($U_{\eta} - d \ln \eta/dT$) zwischen 0,005 und 0,2 K⁻¹. Hochviskose Flüssigkeiten haben große U_{η} -Werte. Zur Beschreibung des VT-Verhaltens durch den "Viskositätsindex" s. Ubbelohde (1965) und DIN ISO 2909.

Die Beschreibung des VT-Verhaltens nicht-newtonscher Flüssigkeiten gelingt häufig durch reduzierte Darstellung auf einer Masterkurve. Sind die Viskositätskurven z. B. vom Typ 1 in Fig. 1.87a und wählt man eine Bezugstemperatur aus, so fallen die anderen Isothermen auf die Bezugsisotherme, wenn punktweise D durch $D \cdot a_T$ und η durch η/a_T ersetzt wird. Der Verschiebungsfaktor a_T (1 für die Bezugstemperatur) ist in günstigen Fällen nach einer einfachen Aktivierungsgleichung temperaturabhängig; näheres bei Münstedt (1978). Für die Schmelzen von Polyolefinen variiert der Verschiebungsfaktor zwischen 130 und 250°C um etwa 3 Größenordnungen.

Der Verlauf der Viskositätskurven nicht-newtonscher Flüssigkeiten kann bei kombiniertem Einsatz mehrerer Meßverfahren – auch mit größeren handelsüblichen Geräten – in einem Bereich des Geschwindigkeitsgefälles zwischen 10^{-4} und 10^5 s^{-1} untersucht werden, wobei sich auch eine einzelne Viskositätskurve über 5 Größenordnungen des Geschwindigkeitsgefälles erstrecken kann. Die höchsten Viskositäten (bei den kleinsten Werten des Geschwindigkeitsgefälles) liegen bei $10^6 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ für Polymerschmelzen (Datensammlung: VDMA-Handbuch (1982)) und können auch bei konzentrierten Polymerlösungen $10^5 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ erreichen. Der erste Normalspannungskoeffizient $\Psi_1(D)$ variiert stärker als die Viskosität $\eta(D)$; z. B. nimmt er bei einer LDPE-Schmelze von 10^7 auf $10 \text{ Pa} \cdot \text{s}^2$ ab, wenn D von 10^{-3} auf 10^2 s^{-1} ansteigt. Ψ_2 ist in der Regel kleiner als Ψ_1 und schwieriger zu messen. Über Weissenberg-Zahlen We > 10 wurde berichtet, desgl. über Zeitkonstanten des elastischen Flüssigkeitsverhaltens. Bei kontinuierlichen Relaxationszeit-Spektren muß statt einer kennzeichnenden Zeitkonstante mitunter ein gewichteter Summenausdruck verwendet werden (näheres bei Wagner (1977)). Für die Deborah-Zahl wurden an Extrudern Werte zwischen 0,5 und 5 angegeben; beim Spritzgießen von Polymerschmelzen treten höhere Werte auf.

Die Druckabhängigkeit der Viskosität wird durch Gl. (1.134)

$$\ln \eta_{\rm p} = \ln \eta_0 + \alpha \cdot p + \beta \cdot p^2 \approx \ln \eta_0 + \bar{\alpha} \cdot p \tag{1.134}$$

beschrieben (s. Kuss (1977), (1955) u. (1958). $10^3 \cdot \bar{\alpha}$ liegt meist zwischen 0,5 und 3 bar⁻¹. Höherviskose flüssige Kohlenwasserstoffe mit verzweigten Ketten haben höhere Werte des Viskositäts-Druck-Koeffizienten $\bar{\alpha}$. α nimmt meist mit steigender Temperatur ab. Wässrige Stoffsysteme können sich komplizierter verhalten (Weber (1975)).

Das VT-Druck-Verhalten im überkritischen Gebiet läßt sich aufgrund des Theorems korrespondierender Zustände in reduzierten Diagrammen abschätzen (S. 621 und 623 bei Hirschfelder u. a. (1964), Scheffler u. a. (1981)).

1.9.4.4 Viskositätsbestimmungen an Flüssigkeiten

Von den nachstehend beschriebenen Viskosimetertypen gibt es zahlreiche Ausführungsformen, vgl. Barr (1931), Erk (1932), Meskat (1964), Wakeham u.a. (1991).

Der Kapillarströmung liegt das Hagen-Poiseuillesche Gesetz zugrunde. Die Höchstwerte des Geschwindigkeitsgefälles D_w und der Schubspannung τ_w herrschen an der Wand der Kapillare. Bei nicht-newtonschen Flüssigkeiten ergeben sich scheinbare Werte für η und D_w ,

$$\eta = \frac{\pi \cdot R^4 \cdot \Delta p \cdot t}{8 \cdot V \cdot L}; \qquad D_{\rm w} = \frac{4 \cdot V}{\pi \cdot t \cdot R^3};$$

$$\tau_{\rm w} = \frac{\Delta p \cdot R}{2 \cdot L}; \qquad \text{Re} = \frac{2 \cdot \rho \cdot V}{\pi \cdot n \cdot R \cdot t} \qquad (1.135)$$

zur Umrechnung auf die wahren Werte s. DIN 53014 Teil 1 und Giesekus u. Langer (1977: vollständigere Behandlung der Methode der repräsentativen Viskosität). Die Strömung muß laminar sein (Reynoldszahl Re < 2000). In Fig. 1.88 und in den Gln. (1.135) und (1.136) ist R der Kapillarenradius.

1.9.4 Viskosität



Fig. 1.88 Kapillarviskosimeter für kleine Druckdifferenzen

- a) Geschwindigkeitsprofil der Poiseuille-Strömung
- b) Ostwald-Viskosimeter nach ISO 3105
- c) Ubbelohde-Viskosimeter nach DIN 51562 Teil 1
- d) Cannon-Fenske-Viskosimeter für undurchsichtige Flüssigkeiten nach DIN 51366
- e) Auslaufbecher für Lacke und Anstrickstoffe nach DIN ISO 2431
- f) Auslaufbecher für Anstrichstoffe nach DIN 53211

Kapillarviskosimeter für kleine Druckdifferenzen (Fig. 1.88) sind verbreitet, genau (bis 0,2%), gut zu temperieren und leicht zu handhaben. Sie werden im Bereich 0,2 bis maximal 10⁵ mPa · s vorwiegend für newtonsche Flüssigkeiten verwendet (Ausnahmen s. Fig. 1.88e und f). Die Zeitspanne t für das Durchflußvolumen V wird bei den Viskosimetern b bis d durch Beobachten des Meniskusdurchgangs durch Meßmarken bestimmt (zunehmend auch automatisch). Beim Viskosimeter mit hängendem Niveau (Fig. 1.88c) gehen Schwankungen der Füllmenge nicht in die Wiederholbarkeit der Messung ein (Vorteil für Messungen bei verschiedenen Temperaturen). Bei den meisten Geräten dient allein die Eigendruckhöhe der Flüssigkeit, deren Viskosität zu bestimmen ist, zur Erzeugung der treibenden Druckdifferenz ($\Delta p = g \cdot \rho \cdot h_m, h_m$ mittlerer Höhenunterschied der beiden Menisken, g Fallbeschleunigung, ρ Dichte der Flüssigkeit); dann wird aus der Durchflußzeit t die kinematische Viskosität v nach Gl. (1.136) bestimmt. Die Gerätekonstante K* wird durch Kalibrieren erhalten (Relativ-Verfahren, s. 1.9.4.3).

$$v = K^* \cdot t - \frac{0,00168 \cdot V^{3/2}}{L \cdot (2 \cdot K^* \cdot R)^{1/2} \cdot t^2}; \qquad K^* = \frac{\pi \cdot R^4 \cdot g \cdot h_{\rm m}}{8 \cdot V \cdot L}$$
(1.136)

Der Druckverlust durch das Beschleunigen der Flüssigkeit am Kapillareingang wird als Hagenbach-Korrektion berücksichtigt. Sie soll nur für Re < 50 nach Gl. (1.136), zweiter Term, vorgenommen werden. Bei höheren Reynoldszahlen sind die Zusammenhänge komplizierter (Weber u. Fritz (1963)). Bei Ubbelohde-Viskosimetern (Fig. 1.88c) führt die experimentelle Bestimmung der Hagenbach-Korrektion individuell für jedes Viskosimeter (Bauer u. Meerlender (1982, 1984)) als erweiterte Kalibrierung zu wesentlich besserer Vergleichbarkeit bei kurzen Durchflußzeiten (DIN 51562 Teil 3). Schwebstoffe in der Probe stören besonders bei engen Kapillaren. Die zahlreichen praktischen Hinweise für den Gebrauch dieser Viskosimeter in DIN 51550 und DIN 53012 sollten beachtet werden. Besondere Ausführungen dieser Geräteklasse sind für spezielle Aufgaben geeignet, z. B. für die Viskositätsbestimmung von flüssigem Stickstoff in einer Wasserstoff-Atmosphäre (Fritz u. Hennenhöfer (1942)) oder bei Verwendung von Quecksilber statt einer Gasphase für ein Kapillarviskosimeter in einem

Druckgefäß (Kuss u. Pollmann (1969)). Bei Kapillarviskosimetern in abgeschlossenen Systemen zur wiederholten Messung unter Schutzgas oder unter dem eigenen Dampfdruck ist das Bauprinzip des hängenden Niveaus günstig (Rücktransport der Flüssigkeit durch Neigen, s. Šobr (1972), Phillips u. Murphy (1970)).



Fig. 1.89 Kapillarviskosimeter-Typen für hohe und variable Druckdifferenzen (DIN 53014 Teil 1), schematisch

a) Einfach-Kolbenviskosimeter (z. B. DIN 54801 und DIN 54811)

b) Doppel-Kolbenviskosimeter (z. T. im Fachhandel)

c) Gasdruck-Viskosimeter (z. T. im Fachhandel)

d) und e) Schlitzviskosimeter mit Teilansicht

In Kapillarviskosimetern nach DIN 53014 Teil 1 für hohe variable Druckdifferenzen (Fig. 1.89) werden Fließkurven im Bereich $10^3 < D_w < 10^6 \text{ s}^{-1}$ auch an höherviskosen Stoffen aufgenommen, bei denen in Viskosimetern nach Fig. 1.88 nur $D_w < 10 \text{ s}^{-1}$ zu erreichen ist. Für die Hauptverwendungsgebiete Fette, Öle und Polymerschmelzen gibt es einige genormte, zum Teil auch käufliche Geräte (Muschelknautz u. Heckenbach (1980), Van Wazer u. a. (1963), Kirschke (1968), DIN ISO 1133, DIN 54801, DIN 54811). Der Druck wird durch Gaspolster oder Kolben ausgeübt. Teils wird der Druck vorgegeben und der Volumenfluß bestimmt, teils umgekehrt. Auch Kapillaren mit Schlitzquerschnitt sind gebräuchlich (Fig. 1.89d, e), an denen Drucksonden außerhalb der Endzonen sitzen können. Wird dagegen der gesamte Druckabfall gemessen, so muß die Bagley-Korrektion angebracht werden (verschiedene Geschwindigkeitsgefälle bei variiertem Kapillarlängen-Durchmesser-Verhältnis, DIN 54811, DIN 53014 Teil 2; dort weitere Korrektionen). Doppelkolben-Viskosimeter (Fig. 1.89b) ermöglichen Mehrfachmessung einer Probe und Ausüben eines Gegendrucks, d. h. die Fließkurven bei verschiedenen allseitigen Drücken aufzunehmen.

Fallkörper-Viskosimeter (Fig. 1.90a bis c) können die Kapillarviskosimeter nach Fig. 1.88 ersetzen, wenn die Flüssigkeitsprobe keine freie Oberfläche ausbilden soll, z. B. zur Vermeidung von Verdunsten oder Hautbildung. Diese Geräte eignen sich auch zur Bestimmung des Viskositäts-Druck-Verhaltens, s. Kuss (1977), Weber (1975). Das Fallkugelviskosimeter nach Fig. 1.90a wird zur Viskowaage für höhere Viskositäten, wenn die Kugel über ein Gestänge fremdbelastet wird. Die im Meßprinzip verwandten Penetrometer (Fig. 1.90d, e) sind zur Prüfung von Salben, Pasten und Bitumen genormt.



Fig. 1.90 Fall- und Eindringkörper-Viskosimeter, schematisch

- a) Fallkugel-Viskosimeter, z. B. nach DIN 53015
- b) Prinzip eines Viskosimeters mit zylindrischem Fallkörper
- c) Geschwindigkeitsprofil im Ringspalt von b)
- d) Nadelpenetrometer nach DIN 51579
- e) Konuspenetrometer nach DIN 51580

Rotationsviskosimeter sind heute weit verbreitet und in unterschiedlicher Ausstattung im Fachhandel. Mit ihnen ist bei Einsatz abgestufter Meßsysteme der Bereich des Geschwindigkeitsgefälles $10^{-4} < D < 10^4 \text{ s}^{-1}$ zu überdecken; die Höchstwerte der Kapillarviskosimeter nach Fig. 1.89 erreichen sie deshalb nicht, weil sich in Rotationsviskosimetern die Reibungserwärmung der Flüssigkeit stärker auswirkt. In der Präzision sind sie den Kapillarviskosimetern nach Fig. 1.88 unterlegen, die dafür nur einen Punkt auf der Fließkurve liefern. Zur Viskositätsbestimmung müssen Drehmoment M und Winkelgeschwindigkeit Ω der rotierenden Randfläche bekannt sein, s. DIN 53018 Teil 1. Bei den meisten Geräten wird Ω (stufenweise oder durch Programme) vorgegeben und Mgemessen. Das umgekehrte Vorgehen (Controlled Stress Viskosimeter) ist als Ergänzung für spezielle rheometrische Aufgaben (z. B. für den Nahbereich von Fließgrenzen) geeignet. In Gl. (1.137) gilt k_1 für konzentrische Zylinder mit den

$$\eta = k \cdot \frac{M}{\Omega}; \qquad k_1 = \frac{R_a^2 - R_i^2}{4 \cdot \pi \cdot L \cdot R_a^2 \cdot R_i^2}; \\ k_2 = \frac{3 \cdot \alpha}{2 \cdot \pi \cdot R^3}; \qquad k_3 = \frac{2 \cdot d}{\pi \cdot R_T^4}; \qquad k_4 = \frac{1}{8 \cdot \pi \cdot R_K^3}$$
(1.137)

Radien R_a und R_i (Fig. 1.91a, b). Couette-System (Außenzylinder rotiert) und Searle-System (Innenzylinder rotiert) sind in schleichend laminarer Strömung gleichwertig; gegen Trägheitseinflüsse sind Couette-Systeme stabiler. Die Formel für k_1 berücksichtigt nur den Ringspalt zwischen den Zylindermantelflächen (Stirnflächenkorrektion und andere Fehlerquellen s. DIN 53018 Teil 2). Die Standardgeometrie (Fig. 1.91a) sollte bei Rotationszylinderviskosimetern möglichst bevorzugt werden. k_2 gilt für Kegel-Platte-Systeme (Fig. 1.91c), die bei Spaltwinkeln $\alpha < 3^{\circ}$ wegen des einheitlichen Geschwindigkeitsgefälles im Spalt und wegen der kleinen Probenmenge geschätzt sind. Dieser Typ ist andererseits anfällig gegen Positionierungsfehler. Kegel-Platte-Rotationsviskosimeter werden heute von den Herstellern oft mit Zusatzvorrichtungen zur Bestimmung der Normalkraft *F* in axialer Richtung ausgerüstet, aus der die erste Normalspannungsdifferenz N_1 nach Gl. (1.138) zu berechnen ist.

6 1.9 Mechanische Größen verformbarer Körper



Fig. 1.91 Rotationsviskosimeter, Prinzip

- a) Rotationszylinderviskosimeter mit Standardgemometrie nach DIN 53019 Teil 1
- b) Winkelgeschwindigkeitsprofil in einem Couette-System
- c) Kegel-Platte-System
- d) Parallelplatten-System für die Torsionsströmung
- e) Torsionsströmung, tordierter Stab aus einem hochviskosen Stoff
- f) rotierende Kugel; in den gezeichneten Ma
 ßverh
 ältnissen besteht weitgehende Ann
 äherung an den Zustand in einem unendlich ausgedehnten Medium

$$N_1 = \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot R^2} + \frac{3 \cdot \varrho \cdot \Omega^2 \cdot R^2}{20}$$
(1.138)

Durch den zweiten Term in Gl. (1.138) wird der Einfluß der Fliehkraft der Flüssigkeit kompensiert, die der rheologischen Normalspannungsdifferenz entgegengerichtet ist. Der Zahlenfaktor ³/₂₀ enthält einen experimentell ermittelten Erfahrungswert (Kulicke u. a. (1977)). Bei der Anwendung von Gl. (1.138) darf die Kraftmeßeinrichtung den Umgebungsdruck nicht mit anzeigen. Axiale Dejustierung des Kegel-Platte-Systems muß hier noch sorgfältiger vermieden werden als bei der Bestimmung von n. Auf andere Bestimmungsverfahren für N_1 und auf die von N_2 wird hier nicht eingegangen. Die Torsionsströmung (Fig. 1.91d, e und k_3 in Gl. (1.137)) sowie die im unendlich ausgedehnten Medium rotierende Kugel (Fig. 1.91f, k_4 in Gl. (1.137)) sind seltener, erlangen aber Bedeutung für nicht-newtonsche Flüssigkeiten. Weiß (1984) verwendete die Torsionsströmung in der heißen Zone von Quarzglas-Stäben zur Viskositätsbestimmung. Zur Verteilung von Schubspannung und Geschwindigkeitsgefälle in den Fließfeldern der Fig. 1.91 s. DIN 53018 Teil 1, bei nicht-newtonschen Flüssigkeiten Walters (1975); Giesekusu. Langer (1977). Auch bei Rotationsviskosimetern sind newtonsche Referenzflüssigkeiten nützlich zur Bestimmung der Gerätekonstante k oder zur Überprüfung der gesamten Apparatur.

Bei den Schwingungsviskosimetern führt eine der beiden Randflächen erzwungene Drehschwingungen um die gemeinsame Rotationsachse aus. Drehmoment und Auslenkungswinkel aus der Ruhelage verlaufen zeitlich als Sinusfunktionen; aus deren Amplitudenverhältnis und Phasenverschiebung können Viskosität und Elastizität der Flüssigkeit bestimmt werden. Solche Anordnungen sind bei einigen Rotationsviskosimetern als Zusatzvorrichtung verfügbar. Wird der Meßspalt durch zwei Rotationsflächen gebildet, die mit gleicher Winkelgeschwindigkeit um ihre Achsen rotieren, die jedoch geeignete definierte nicht-koaxiale Stellungen einnehmen, so ergeben sich ebenfalls erzwungene Schwingungen (Meßverfahren nach Walters und nach Képès). Diese an sich sehr eleganten Verfahren werden durch die Auswirkung der Zentrifugalkraft auch

196

1.9.4 Viskosität

bei kleinen Amplituden beeinträchtigt. Zur quantitativen Darstellung der Schwingungsrheometrie muß auf Walters (1975) verwiesen werden. Die Dämpfung freier Schwingungen durch die Viskosität der Flüssigkeit in einem Gefäß, das an einem Torsionsdraht hängt, ist mehrfach zu Messungen an Metall- und Salzschmelzen benutzt worden (Frohberg u. Weber (1964), Wakeham u. a. (1991)). Die Schwingungsdämpfung im Schall- und Ultraschallbereich (Membranen, Drähte, Piezokristalle) kann zur "Verlängerung" der Viskositätskurve benutzt werden, indem $\eta(D)$ durch $\eta^*(\omega)$ und D durch ω ersetzt wird (Cox-Merz-Relation). η^* ist die komplexe Viskosität. Man gelangt dadurch in Bereiche, in denen die fortschreitende Scherung mit D wegen der Reibungserwärmung meßtechnisch nicht mehr zugänglich wäre. Diese Relation ist nur eine Regel, deren Gültigkeit im Einzelfall in einem Überlagerungsbereich überprüft werden muß.

Dehnviskositäten werden an Gläsern oberhalb 10^8 dPa·s oft bestimmt, wegen des newtonschen Verhaltens (Trouton-Verhältnis 3) aber als Scherviskositäten angegeben. In Gl. (1.139) ist $\eta_{(f)}$ die aus dem Fadenziehversuch

$$\eta_{(f)} = \frac{F \cdot l^2}{3 \cdot V \cdot (dl/dt)}; \qquad \eta_{(b)} = \frac{F \cdot l_s^3}{12 \cdot b^4 \cdot (df/dt)}$$
(1.139)

(Fig. 1.92a) berechnete Scherviskosität (Verlängerungsgeschwindigkeit dl/dt des Fadens vom Volumen $V = A \cdot l$ unter der Zugkraft F). $\eta_{(b)}$ ist aus der Durchsenkgeschwindigkeit df/dt eines Balkens (Fig. 1.92b) mit quadratischem Querschnitt der Höhe und Breite b unter der mittig angreifenden Last F berechnet. Der Balken liegt auf der Stützweite l_s . Dehnströmungen werden auch an Polymer-Schmelzen und -Lösungen in entsprechend modifizierten Apparaturen realisiert: Filmdehnung (Meißner (1971)), Spinnwaage (Fig. 1.91d, Zidan (1969); Ferguson u. El-Tawashi (1980)) und rohrloser Heber (Peng u. Landel (1976)); weitere Möglichkeiten s. Walters (1975) sowie Fig. 1.92c und e. Dehnströmungsmessungen an niedrigen Viskositäten sind wegen der Einwirkung der Schwerkraft schwierig, ganz besonders, wenn viskosimetrisches Fließen angestrebt wird.



Fig. 1.92 Realisierungsformen der Dehnströmung

- a) Trouton-Strömung, Fadenziehmethode für Glasprüfungen nach DIN 52312 Teil 3
- b) Balkenbiegemethode zur Bestimmung von Glasviskositäten nach DIN 52312 Teil 4
- c) Vierwalzenapparatur (s. Giesekus 1961)
- d) Prinzip der Spinnwaage
 - e) Stauströmung bei "geschmierter Wand" (nach Winter u. a. 1979)

197

1.9.4.5 Viskositätsmessungen an Gasen und Dämpfen

Viskosimeter für Gase sind weniger verbreitet als die für Flüssigkeiten. Allein die Hilfsmittel zur Handhabung der Proben bedingen einen höheren apparativen Aufwand. Es kann mitunter vorteilhafter sein, aus den zahlreichen bekannten Daten die unbekannte Viskosität eines Gasgemisches nach Hirschfelder u. a. (1964) rechnerisch abzuschätzen als sie in einer improvisierten Apparatur mit schlechter Präzision experimentell zu bestimmen.

Die Kapillarströmung von Gasen enthält Einflüsse der Wandgleitung und der Kompressibilität. In Gl. (1.140) ist p_1 der Druck vor, p_2 hinter der Kapillare:

$$\eta = \frac{\pi \cdot R^4}{8 \cdot L \cdot (\mathrm{d}V_2/\mathrm{d}t)} \cdot \frac{p_1^2 - p_2^2}{2 \cdot p_2} \cdot \left(1 + 4 \cdot \frac{\zeta}{R}\right) - \frac{\varrho_2 \cdot (\mathrm{d}V_2/\mathrm{d}t)}{8 \cdot \pi \cdot L} \cdot \left(m + \ln \frac{p_1}{p_2}\right)$$
(1.140)

Der Gleitungskoeffizient ζ ist annähernd der mittleren freien Weglänge der Gasmolekeln gleichzusetzen. Die Zunahme der Gleitung mit steigender Temperatur (bei konstantem Druck) wurde früher nicht beachtet, was zu systematischen Fehlern führte. Die Hagenbach-Korrektion enthält neben der Konstante $m \approx 1$ einen Expansionsanteil (Erk (1929)). Der Gl. (1.140) liegt die Kompressibilität eines idealen Gases zugrunde.



a) Rankine-Viskosimeter

- b) Viskosimeter nach Graham
- c) Timrot-Viskosimeter
- d) Erzeugen einer Kapillarströmung durch Destillieren
- e) Doppel-Balgen-Viskosimeter
- f) Schwingende Scheibe

Das Kapillarviskosimeter nach Rankine (Fig. 1.93a) kommt mit den kleinsten Probenmengen aus (20 bis 50 ml für wiederholte Messungen, auch bei verschiedenen Temperaturen, Barr (1931); neuere Ausführungsformen: Ray (1964), Meerlender (1976), Lehmann (1985)). Die treibende Druckdifferenz Δp wird durch einen Quecksilbertropfen erzeugt. Randwinkel- und Oberflächenspannungseinflüsse am Quecksilber begrenzen trotz spezieller Korrektionsverfahren die Wiederholbarkeit auf 0,5%. Die Gase dürfen mit dem Quecksilber nicht reagieren, das auch den Temperaturbereich beschränkt.

1.9.4 Viskosität

Das Viskosimeter nach Fig. 1.93e ist eine Umkehrung des Rankine-Prinzips: dV/dt wird vorgegeben und Δp stellt sich ein. Das benötigt aber eine Einstellzeit für den stationären Zustand, während der u. U. mehr Volumen durch die Kapillare fließen würde als überhaupt zur Verfügung steht. Dem Rankine-Prinzip verwandt ist das Viskosimeter nach Fig. 1.93c, bei dem das ganze System ausbalanciert auf Schneiden um die Längsachse drehbar ruht, Timrot u. Chlopkina (1963). Dadurch kann sich die Kapillare auf der Temperatur eines Ofens befinden, die treibende Flüssigkeit in der Ringwaage auf Raumtemperatur (die Temperaturdifferenz muß beim Volumenfluß berücksichtigt werden). Es sind auch benetzende Sperrflüssigkeiten verwendbar. Die Anordnung ist erschütterungsempfindlich. Im Viskosimetertyp nach Graham (Fig. 1.93b) ist ein Gefäß mit bekanntem Volumen V mit der Gasprobe unter Überdruck gefüllt. Der Druckausgleich mit der Umgebung über die Kapillare wird zeitlich verfolgt. Andere Viskosimeter, bei denen das Gas entweicht, arbeiten mit konstantem Gasstrom. Wiederholt wurden wendelförmige Kapillaren verwendet, um große Längen in einem Thermostaten bzw. Ofen unterzubringen. Mit solchen Geräten wurden z. B. Präzisionsmessungen bis 1500 K ausgeführt (Dawe u. Smith (1970); Dawe (1973a, b)). Der Volumenfluß von Dämpfen in einem Kapillarviskosimeter läßt sich durch Destillation erzeugen, Fig. 1.93d. Die treibende Druckdifferenz ist im einfachsten Falle der Unterschied der Dampfdrücke bei den Temperaturen der Blase und der Vorlage. Die Meßtemperatur an der Kapillare liegt oberhalb der Blasentemperatur. Die Strömungsgeschwindigkeit wird aus der zeitlichen Zunahme des Kondensats in der graduierten Vorlage berechnet. So wurde z. B. die Viskosität von Bromdampf bestimmt, in einer größeren Apparatur dieses Typs aber auch die Viskosität von Wasser in weiten Bereichen des Heißdampfgebietes, Mayinger (1962).

Die Theorie für die Dämpfung der freien Schwingung eines Systems aus Torsionsdraht und Kreisscheibe (Fig. 1.93f) durch die zu bestimmende Viskosität geht auf Maxwell zurück. Bei sachgemäßer Konstruktion und Versuchsführung ist die Methode für Absolut- und Relativbestimmung von Gasviskositäten leistungsfähig (Kestin u. Leidenfrost (1959); Kestin u.a. (1971); Yoshida u.a. (1976); Wakeham u.a. (1991)).

Für ein Kugelfallviskosimeter nach Fig. 1.90a ist eine große Kugel aus Glas erhältlich, mit der das Gerät als Relativ-Viskosimeter für Gase verwendbar ist (Wobser u. Müller (1940)). Wegen des sehr engen Ringspalts zwischen Fallrohr und Kugel dürfen keine Schwebstoffe zugegen sein.

1.9.4.6 Betriebsmessungen

Betriebsmessungen dienen dazu, die Viskosität in einem Produktions- oder Transportprozeß innerhalb eines Sollbereichs zu halten, den Fortgang einer chemischen Umsetzung zu verfolgen oder die Qualität eines Produkts laufend zu überwachen. Für diese Aufgaben stehen drei Gruppen von Meßverfahren zur Verfügung: a) Hauptstrom-Messungen, b) Nebenstrom-Messungen, c) Chargen-Messungen. Grundsätzlich neue Meßverfahren werden nicht angewandt, aber die Ausführung der Geräte unterscheidet sich äußerlich von den entsprechenden Laborviskosimetern (Gehäuse, genormte Einbaumaße, explosionsgeschützte Ausführung). Rotations- oder Schwingungsmembran-Viskosimeter können in den Hauptstrom eingebaut werden, wenn Druck, Temperatur und Strömungsform das zulassen. Einige Glashütten messen die Schmelze im Speiserkanal mit Rotationsviskosimetern (Searle-Typ, lange Meßkörperschäfte). Der Transport in Extruderschnecken ist als Schleppstörmung aufzufassen, so daß aus den Betriebsdaten auf die Viskosität geschlossen werden kann. Nebenstrom-Messungen werden hauptsächlich mit Kapillarviskosimetern durchgeführt (Zahnradpumpen und Druckmeßsonden vor und hinter der Kapillare). Die mittlere Bahngeschwindigkeit in der Kapillare muß sich nach der im Hauptstrom richten, damit das Meßergebnis rechtzeitig vorliegt. Chargen-Messungen, bei denen in einem vorgegebenen Takt Proben gezogen werden, können auch in Fallkörper-Viskosimetern gemessen werden, bei denen die neue Füllung den Fallkörper zurücktransportiert; hier können aber Rotationsviskosimeter mit einem Scannerprogramm einen gewissen Fließkurvenbereich aufnehmen. Allen bisher

aufgeführten Aufgaben ist gemeinsam, daß sie sich in einem engeren Sollbereich der Viskosität abspielen, dessen Überschreitung gegebenenfalls einen Alarm auslöst. Anders verhält es sich bei der viskosimetrischen Verfolgung der Kinetik chemischer Reaktionen, z. B. der Polymer-Vernetzung. Hier kann die Viskosität so ansteigen, daß das Meßsystem nur einmal verwendbar ist. Die meisten Hersteller von Rotationsviskosimetern bieten kleine tragbare Geräte an, mit denen man nichtströmende Chargen im Betrieb messen kann.

1.9.5 Oberflächen- und Grenzflächenspannung (F. W. Seemann)

1.9.5.1 Grundlagen und Definitionen

Im folgenden wird die Messung der Oberfächen- und Grenzflächenspannung von gewöhnlichen Flüssigkeiten – nicht von Metallschmelzen, flüssigem Helium, Flüssigkristallen und Festkörpern – beschrieben. Grenzfläche im weiteren Sinn ist die Begrenzung der Flüssigkeit gegen ein anderes Fluid (Flüssigkeit oder Gas), im engeren Sinn die Berührungsfläche zwischen zwei nicht mischbaren, übereinander geschichteten Flüssigkeiten. Oberfläche ist die Begrenzung einer Flüssigkeit gegen ein Gas (Luft oder eigenen Dampf). Entsprechend schließt der Begriff Grenzflächenspannung im weiteren Sinn die Oberflächenspannung mit ein. Grenzflächenspannung im engeren Sinn (engl. interfacial tension) tritt nur an der Berührungsfläche von nicht mischbaren Flüssigkeiten auf, in allen anderen Fällen handelt es sich um Oberflächenspannung (surface tension). Grenzflächen- und Oberflächenspannung können in vielen Fällen nach demselben Verfahren gemessen werden.

Die Ober-(Grenz-)fläche besitzt infolge der einseitigen Kraftwirkung auf ober-(grenz-) flächennahe Moleküle eine freie Ober-(Grenz-)flächenenergie, deren Größe von der Natur der Flüssigkeiten abhängt. Die auf die Fläche bezogene freie Ober-(Grenz-)flächenenergie ist die Ober-(Grenz-)flächenspannung mit der SI-Einheit N/m. Benutzt wird praktisch nur der 1000. Teil das mN/m, das der früheren CGS-Einheit dyn/cm gleich ist. Eine an eine feste Wand grenzende Flüssigkeit bildet mit dieser einen bestimmten Randwinkel φ (Fig. 1.94). Bei benetzenden Flüssigkeiten ist $\varphi < \pi/2$; bei $\varphi = 0$ liegt vollkommene Benetzung vor. Der letzte Fall hat insofern besondere Bedeutung, als manche Meßmethoden (z. B. Steighöhen- und Plattenmethode) nur bei vollkommener Benetzung einwandfreie Werte liefern.

Geringe Oberflächenverunreinigungen können die Oberflächenspannung erheblich verfälschen, meistens herabsetzen, besonders bei Wasser und Quecksilber. Durch ständiges Erneuern der Oberfläche können Oberfächenverunreinigungen verhindert werden.

Die Oberflächenspannung sinkt bei fast allen Flüssigkeiten mit steigender Temperatur um etwa 0,15 bis $0,01 \text{ mN/(m}^{\circ}\text{C})$ und wird beim kritischen Punkt gleich Null.

.

Fig. 1.94 Randwinkel $\sigma_{\rm m} = \sigma (M/\varrho)^{2/3} L^{1/3}$ ist die molare freie Oberflächenenergie (M=molare Masse, L=Avogadro-Konstante). Nach Eötvös hat der Temperaturkoeffizient d $\sigma_{\rm m}/dT$ für viele Flüssigkeiten etwa den gleichen negativen Wert – 17,5 J/(mol°C). Flüssigkeiten, deren Moleküle assoziiert sind (z. B. Wasser, Alkohole, Fettsäuren), weichen stark von dieser Regel ab.

Als Parachor wird der Ausdruck $\sigma^{1/4} M/(\rho_{\Pi} - \rho_d)$ bezeichnet, worin ρ_{Π} und ρ_d die Dichten der Flüssigkeit und des gesättigten Dampfes bedeuten. Der Parachor setzt sich bei einfachen Atomverbindungen unter Berücksichtigung der Bindungsarten additiv aus den Atomparachoren zusammen, so daß mit dem Parachor die Oberflächenspannungen von Atomverbindungen berechnet werden können.

Wolf u. Wolff (1955), Padday (1969), Adamson (1976), Jasper (1972)

1.9.5.2 Wägeverfahren

Die drei hier beschriebenen Wägeverfahren beruhen auf dem Prinzip, die Masse einer mit dem Meßkörper (Platte, Bügel oder Ring) über die Flüssigkeitsoberfläche angehobenen Lamelle (Flüssigkeitshaut) mit einer empfindlichen Waage (Labor-, Analysen-, Mikro-, Torsionswaage, Tensiometer mit Torsionswaage oder induktivem Kraftaufnehmer) zu bestimmen. Die Masse m der Lamelle ist nach der Gleichung

 $\sigma = mg/U \tag{1.141}$

der Oberflächenspannung σ proportional, g ist die Fallbeschleunigung (9,81 m/s²), U der benetzte Umfang des Meßkörpers, d. h. die doppelte Länge plus doppelte Dicke der Platte, bzw. die doppelte Länge des Bügelmeßdrahtes, bzw. der doppelte mittlere Umfang eines Ringes. Gl. (1.141) gilt bei Messungen mit der Platte und vollkommener Benetzung exakt, bei Messung mit dem Bügel und Ring dagegen nur angenähert. DIN 53914 (1980)

Plattenverfahren Die etwa 0.1 mm dicke und 20 mal 20 mm große Platte besteht aus Platin-Iridium-Blech oder Ouarz, Zur Verbesserung der Benetzungseigenschaften ist sie durch Sandstrahlen oder Schmirgeln angerauht. Die Platte wird an einem Punkt in der Symmetrieachse so an der Waage oder dem Tensiometer befestigt, daß die untere Kante horizontal ist, was dicht über der Flüssigkeitsoberfläche mit dem Auge nachgeprüft und nachjustiert werden kann. Dann wird die Platte gewogen. Das Meßgefäß mit der Flüssigkeit steht auf einer horizontalen Plattform, die lotrecht auf und ab bewegt werden kann. Das Meßgefäß wird nun mit der Plattform gehoben bis die Plattenunterkante die Flüssigkeit gerade berührt, worauf sich an der Platte die Flüssigkeitslamelle bildet. Dann wird die Platte mit der Lamelle gewogen. Die Differenz beider Wägungen ist die Lamellenmasse m, aus der sich nach Gl. (1.141) die Oberflächenspannung σ ergibt, falls vollkommene Benetzung vorliegt, d. h. der Randwinkel ø gleich Null ist. Dieses wird nachgeprüft, indem das Meßgefäß um etwa 2mm gehoben wird, so daß die Platte eintaucht, und dann wieder um den gleichen Betrag gesenkt wird, wodurch sich der sog. Rückzugswinkel einstellt. Bei vollkommener Benetzung muß die jetzt ermittelte Masse der vorher gemessenen gleich sein. Ist in Ausnahmefällen trotz sorgfältiger Reinigung der Platte bei bestimmten Flüssigkeiten keine vollkommene Benetzung zu erzielen, so muß auf eines der folgenden Verfahren zurückgegriffen werden.

Schwuger u. Rostek (1971). Finzel (1976)

Bügel- und Ringverfahren Bei der dynamischen Verfahrensweise mit Bügel (Fig. 1.95) oder Ring (Fig. 1.96) werden die Meßkörper horizontal an der Waage oder dem



Fig. 1.95 Bügel mit Meßdraht M (Dicke 0,1 mm; Länge 10 bis 40 mm) und Drahtrahmen D
a) ohne Flüssigkeitslamelle (Nullstellung)
in gleicher Höhe wie
b) mit Flüssigkeitslamelle L kurz vor dem Abreißen Fig. 1.96 Ring R (Drahtdicke 0,4 mm; Ringumfang 60 mm) mit Drahtbügel D

Tensiometer befestigt und gewogen. Die Wägung bzw. Nullpunkteinstellung des Bügels ohne Lamelle am Meßdraht muß bei derselben Eintauchtiefe wie mit Lamelle erfolgen (Fig. 1.95), so daß der Auftrieb des eintauchenden Rahmendrahtes herausfällt. Dann wird das Gefäß bis zum völligen Eintauchen des Ringes bzw. Bügelmeßdrahtes gehoben und langsam unter Lamellenbildung bis zu dem an der Waage erkennbaren Kraftmaximum kurz vor dem Abreißen der Lamelle wieder gesenkt. Die Differenz der Ablesungen an der Waage ist die Lamellenmasse m, aus der sich nach Gl. (1.141) – hier im Gegensatz zum Plattenverfahren nur in grober Näherung (bis auf einige mN/m) – die Oberflächenspannung σ ergibt.

Aus dem mit dem Bügel ermittelten Rohwert $\sigma = mg/2l$ wird mit Hilfe der Näherungsformel von Lenard u. a. (1924) der korrigierte Wert σ_L ermittelt:

$$\sigma_{\rm L} = \sigma - r(\sqrt{2\sigma\varrho g} - 2\sigma/l) + r^2 \rho g \pi/4,$$

worin r und l der Radius bzw. die Länge des Bügelmeßdrahtes, ρ die Dichte der Prüfflüssigkeit und g die Fallbeschleunigung sind (Moser (1927)).

Beim Ring ergibt sich ein gewöhnlich ausreichend korrigierter Wert σ_{zw} durch Multiplikation des Rohwertes $\sigma = mg/4\pi R$ mit dem Korrektionsfaktor f nach Zuidema u. Waters (1941), der hier als Größengleichung geschrieben ist:

 $f = 0.725 + \sqrt{0.3607 \cdot \sigma/(R^2 \rho g)} + 0.04534 - 1.679 r/R$

mit dem Ringradius R, dem Ringdrahtradius r, der Flüssigkeitsdichte ρ und der Fallbeschleunigung g.

Dann ist $\sigma_{zw} = f \cdot \sigma$. Bei höheren Genauigkeitsanforderungen (mit Unsicherheiten unter einigen Zehntel mN/m) an das verbreitete und bequeme Ringverfahren muß auf die von Harkins u. Jordan (1930) empirisch oder von Huh u. Mason (1975) halbempirisch ermittelten Korrektionsfaktoren zurückgegriffen werden, die in Tabellenform dargestellt sind. Der obengenannte Korrektionsfaktor von Zuidema u. Waters (1941) ist eine Näherungsformel, die auf den Werten von Harkins u. Jordan (1930) beruht und von diesen in dem interessierenden Bereich um bis zu 0,3% abweicht.

Bügel- und Ringverfahren eignen sich auch für die Messung von Grenzflächenspannungen.

Stahlberger u. Guyer (1950), Finzel u. Seemann (1977)

1.9.5 Oberflächen- und Grenzflächenspannung

1.9.5.3 Tropfenvolumenverfahren

Das Tropfenvolumenverfahren wird vorwiegend zur Bestimmung der Grenzflächenspannung (im engeren Sinn, d.h. an der Grenzfläche zwischen zwei nicht mischbaren Flüssigkeiten, gewöhnlich zwischen Wasser und einer organischen Flüssigkeit) benutzt. Eine am unteren Ende eben geschliffene, etwa 4 cm lange Glaskapillare von 2 bis 8 mm Außendurchmesser und 0,8 bis 1,0 mm Innendurchmesser wird gut gereinigt, flüssigkeitsdicht mit einer (motorbetriebenen) Injektionsspritze mit Mikroliterteilung von etwa 0,5 ml Inhalt verbunden und an einer Halterung senkrecht etwa 0,5 cm tief in die (meistens organische) Flüssigkeit der Dichte ρ (kleiner als die Dichte ρ_w von Wasser) eingetaucht. Aus der Spritze, die mit Wasser der Dichte Ow gefüllt ist, wird vorsichtig ein Tropfen nach dem anderen durch die Kapillare hindurch in die untere Flüssigkeit gedrückt und nach dem Abfallen eines Tropfens dessen Volumen an der Mikroliterteilung der Spritze abgelesen, so daß sich aus den Volumina von vier bis fünf Tropfen der Mittelwert V des Tropfenvolumens ergibt. Ist R der äußere Radius der Kapillare, so ergibt sich die Grenzflächenspannung (zur Unterscheidung von der Oberflächenspannung σ hier mit γ bezeichnet) aus der Gleichung



nach Wilkinson und Kidwell (1971)

Der Korrektionsfaktor Fhängt vom Außenradius R der Kapillare und dem Tropfenvolumen V ab. Er ist von Wilkinson u. Kidwell (1971) tabellarisch angegeben und in Fig. 1.97 innerhalb gebräuchlicher Grenzen in Abhängigkeit von $R/V^{1/3}$ aufgetragen. Wilkinson u. Kidwell (1971), Wilkinson (1972), Tornberg (1977)

1.9.5.4 Spinning-Drop-Verfahren

Das Spinning-Drop-Verfahren eignet sich für die Messung extrem niedriger Grenzflächenspannungen (bis 10⁻⁵ mN/m). Es beruht auf der Abhängigkeit der Gestalt eines in einer schnell rotierenden Kapillare befindlichen Tropfens von der Grenzflächenspannung, die sich zwischen dem Tropfen (z. B. Öl) und der umgebenden dichteren Flüssigkeit (z. B. Wasser) einstellt. Spinnging-Drop-Tensiometer sind so eingerichtet, daß der mittlere Teil der rotierenden Kapillare (ca. 2mm Innendurchmesser,

ca. 2000 U/min) mit dem Tropfen im Blickfeld eines Meßmikroskops liegt, so daß der Radius r des Tropfens in radialer Richtung gemessen werden kann. Ist $\Delta \rho$ die Differenz der Dichten des Tropfens und der umgebenden Flüssigkeit, ω die Winkelgeschwindigkeit der Kapillare und r der Tropfenradius, so gilt für die Grenzflächenspannung γ näherungsweise

 $\gamma = r^3 \omega^2 \Delta \varrho / 4.$

Voraussetzung für brauchbare Meßergebnisse ist, daß die Tropfenlänge in axialer Richtung mindestens das Vierfache des Tropfendurchmesssers in radialer Richtung beträgt, was entweder durch Vergrößerung des Tropfenvolumens (mit einer Injektionsspritze, deren Kanüle in die an den Enden offene Kapillare eingeführt wird) oder durch Steigerung der Drehzahl erreicht werden kann. Manning u. Scriven (1977), Cayias u. a. (1975)

1.9.5.5 Steighöhenverfahren

Wird eine Glaskapillare mit dem Innenradius r senkrecht in eine Flüssigkeit der Dichte ρ eingetaucht, so besteht bei vollkommener Benetzung zwischen der Steighöhe h der Flüssigkeit in der Kapillare und der Oberflächenspannung σ in guter Näherung die Beziehung

$$\sigma = hrog/2.$$

Die Steighöhe h wird kathetometrisch von der Flüssigkeitsoberfläche bis zum unteren Rand des Meniskus gemessen. Um vollkommene Benetzung zu erreichen, wird die Kapillare sorgfältig mit frischer Chromschwefelsäure gewaschen, mehrfach mit destilliertem Waser und schließlich mit der zu untersuchenden Flüssigkeit gespült. Vor Messung der Steighöhe wird die Kapillare etwas angehoben, so daß der Meniskus an einer Stelle liegt, die vorher längere Zeit benetzt war.

Für Wasser und wäßrige Lösungen und Kapillarinnendurchmesser unter 1 mm hat Rayleigh mit Rücksicht auf das Meniskusvolumen für die wie oben gemessene Steighöhe h die Korrektion

$$h' = h + r/3 - 0,1288r^2/h + 0,1312r^3/h^2$$

angegeben. In die Gleichung $\sigma = hr \rho g/2$ ist dann h' anstatt h einzusetzen. Für größere Kapillardurchmesser hat Rayleigh kompliziertere Korrektionen ermittelt. Weitere Korrektionsvorschläge stammen von Sugden, Bashforth und Adams (s. Padday (1969)).

Die meisten Tabellen- und Literaturwerte von Oberflächenspannungen sind mit dem lange als Standardmethode angesehenen Steighöhenverfahren gewonnen worden. Das gilt auch für die umfassenden Tabellen von Jasper (1972) und die in Tab. T 8.02 in Band 3 angegebenen Oberflächenspannungswerte.

Wichtigste Voraussetzung für die Gewinnung zuverlässiger Werte mit dem Steighöhenverfahren ist die vollkommene Benetzung der sorgfältig gereinigten Kapillare. Das Verfahren sollte daher nur bei reinen Flüssigkeiten angewendet werden, die die Glaskapillare vollständig benetzen.

Padday (1969), Adamson (1976), Gieleßen u. Schmatz (1960)

1.9.5.6 Blasendruckverfahren

Eine am unteren Ende eben geschliffene Kapillare aus Glas oder Metall wird senkrecht in die zu untersuchende Flüssigkeit eingetaucht. Aus der Kapillare wird langsam eine Luftblase ausgetrieben und der dazu erforderliche maximale Druck p, z. B. mit einem Flüssigkeitsmanometer, gemessen. Liegt die Austrittsöffnung der Kapillare mit dem Innenradius r genau in der Flüssigkeitsoberfläche, so gilt für die Oberflächenspannung σ

1.9.5 Oberflächen- und Grenzflächenspannung

annähernd die Beziehung

$$\sigma = pr/2. \tag{1.142}$$

Taucht die Kapillare bis zur Höhe h in die Flüssigkeit ein, so ist von dem gemessenen Maximaldruck p die hydrostatische Druckdifferenz $gh\rho$ (ρ Dichte der Flüssigkeit) abzuziehen, um den der Oberflächenspannung entsprechenden Maximaldruck im Endquerschnitt der Kapillare zu erhalten: $\sigma = (p - gh\rho)r/2$.

Weil die Eintauchtiefe der Kapillare nur schwierig und ungenau bestimmt werden kann, ist ein Relativverfahren mit zwei Kapillaren verschiedener Weite vorteilhaft, die beide gleichweit eintauchen. Die Blase wird einmal durch die enge Kapillare von einigen Zehntel Millimetern und dann durch die weite Kapillare von einigen Millimetern Innendurchmesser gedrückt. Sind ΔH_{eng} und ΔH_{weit} die zugehörigen Höhenunterschiede im Manometer und ϱ die Flüssigkeitsdichte, so gilt nach Sugden

$$\sigma = K_1(\Delta H_{\rm eng} - \Delta H_{\rm weit}) + K_2 \varrho.$$

Die beiden Apparatekonstanten K_1 und K_2 werden mit Hilfe zweier Flüssigkeiten bekannter Oberflächenspannung und Dichte, z.B. Wasser und Toluol (s. Tab. T 8.02 in Band 3), durch Auflösung von zwei Gleichungen mit zwei Unbekannten ermittelt. Als Manometerflüssigkeit eignet sich Paraffinöl oder Nonylsäure.

Werden anstelle der Luftblasen Tropfen einer anderen nicht mischbaren Flüssigkeit in die erste Flüssigkeit gedrückt, so läßt sich das Verfahren auf Grenzflächenspannungsmessungen ausdehnen. An Stelle der Tropfenvolumenmessung nach 1.9.5.3 tritt hier die Druckmessung.

Die Meßunsicherheit des Blasendruckverfahrens zur Bestimmung der Oberflächenspannung liegt bei einem Prozent und ist bei der Bestimmung der Grenzflächenspannung etwa doppelt so groß. Eine Präzisierung des Blasendruckverfahrens für Absolutmessungen der Oberflächenspannung mit zwei Kapillaren verschiedener Weite und verschiedener Eintauchtiefe ist von Cuny und Wolf (1956) angegeben und von anderen Verfassern (z. B. Kapitza u. a. (1968)) weiterentwickelt worden.

Das Blasendruckverfahren eignet sich insbesondere zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit der Oberfächenspannung über einen großen Temperaturbereich, für Messungen bei hohen Temperaturen und zur Bestimmung der Oberflächenspannung von Salz- und Metallschmelzen, die hier nicht behandelt werden.

Ein abgewandeltes Blasendruckverfahren ist die Messung des Krümmungsdrucks eines Meniskus in einer kurzen waagrecht liegenden Kapillare (Innendurchmesser $2r \approx 1 \text{ mm}$), an deren eben geschliffenem Ende sich ein Tropfen der zu untersuchenden Flüssigkeit befindet (Fig. 1.98). Der Druck in der Kapillare wird auf den Wert *p* erhöht, bei dem im Mikroskop M gerade die von der Lichtquelle L beleuchtete linke Flüssigkeitsoberfläche eben erscheint. Dann gilt bei vollkommener Benetzung am rechten Meniskus Gl. (1.142); vgl. Ferguson u. Kennedy (1932) u. (1938) sowie Nevin (1956).

1+



Fig. 1.98 Meniskus in waagerechter Kapillare L Lichtquelle, M Mikroskop

1.9.5.7 Auswertung und Meßunsicherheit

Wegen der Größe der bei der Oberflächen- und Grenzflächenspannungsmessung vorkommenden Längen, Massen, Kräfte und Drucke ist es zur Vermeidung umständlicher Zehnerpotenzen zweckmäßig, bei den zum Teil umfangreichen Rechnungen und Korrektionsformeln alle Größen nicht in den SI-Basiseinheiten Meter und Kilogramm auszudrücken wie es durch die Einheit der Oberflächenspannung Newton durch Meter nahegelegt wird, sondern in Zentimeter und Gramm, z. B. $g=981 \text{ cm/s}^2$, Dichte in g/cm³, Lamellenmasse in g, Drahtlänge und -dicke, Kapillardurchmesser und manometrische Höhendifferenz in cm, Druck in µbar (=g/(cm s²)). Dann ergibt sich die Ober-(Grenz-)flächenspannung in der praktischen Einheit mN/m, die nach Herauskürzen des Meters gleich der Einheit g/s² ist.

Die Meßunsicherheit hängt bei der Bestimmung der Oberflächen- und Grenzflächenspannung ganz wesentlich von der Reinheit der Flüssigkeit, Gefäße und Meßgeräte ab. Die relative Unsicherheit beträgt bei der Oberflächenspannungsmessung einige Promille, bei der Grenzflächenspannungsmessung mehrere Prozente.

Literatur zu 1.9

Adamson, A. W. (1976): Physical Chemistry of Surfaces, S. 1–46: Capillarity, London, Sydney, Toronto, New York: John Wiley

Adreeva, L. E. (1966): Elastic Elements of Instruments. – Israel Program for Scientific Translations, Jerusalem Barnes, H. A.; Hutton, J. F.; Walters, K. (1989): An introduction to rheology. Amsterdam: Elsevier

Barr, G. (1931): A monograph of viscometry. London: Oxford University Press

Bauer, D. (1978): Grundversuche der Metallumformung. Metall 32, 776-781

Bauer, H.; Meerlender, G. (1982): Newtonian reference materials with $\nu > 1 \text{ mm}^2/\text{s}$ and their application in extending the range of capillary viscometers. Rheol. Acta 21, 499–501

Bauer, H.; Meerlender, G. (1984): Precise viscosity measurements of Newtonian liquids with $\nu > 1 \text{ mm}^2/\text{s}$ for the selection of suitable standards. Rheol. Actas 23, 514–521

Bauer, H.; Meerlender, G.; Stern, P. (1986): A new type of visco-plastic flow curve observed in certain concentrated diblock copolymer solutions. Rheol. Acta 25, 389–396

Baule, H.; Müller, E. (1956): Messung elastischer Eigenschaften von Gesteinen. In: Handbuch der Physik (hrsg. v. Flügge, S.) Band XLVII: Geophysik I. Berlin: Springer

Bell, J. F. (1973): The experimental Foundations of Solid Mechanics. In: Handbuch der Physik (hrsg. v. Flügge, S.) Band VIa/1: Festkörpermechanik I. Berlin: Springer

Böhme, G. (1981): Strömungsmechanik nicht-newtonscher Fluide. Stuttgart: Teubner

Boger, D.V. (1977/78): A highly elastic constant-viscosity fluid. J. Non-Newt. Fluid Mech. 3, 87-91

Breazeale, M. A.; Cantrell, J. H. jr.; Heyman, J. S. (1981): Ultrasonic Wave Velocity and Attenuation Measurements. In: Methods of Experimental Physics (hrsg. v. Marton, L.; Marton, C.) Band 19, New York: Academic Press

Bridgeman, P. W. (1944): The stress distribution at the neck of a tension specimen. Trans. of ASM 32, 553–574 Cayias, J. L.; Schlechter, R. S.; Wade, W. H. (1975): The Measurement of Low Interfacial Tension via the Spinning Drop Technique. Am. Chem. Soc. ACS-Symposium Series No. 8, 234–247

CRC Handbook of Chemistry and Physics, 61. Ed. (1980/81). Boca Raton Florida (1980), F25-F-48 (Oberflächenspannungen versch. Flüssigkeiten)

Cuny, K. H.; Wolf, K. L. (1956): Präzisierung der Blasendruckmethode zur Bestimmung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten. Ann. Phys. **17**, 57–77

Dahl, W.; Rees, H. (1976): Die Spannungs-Dehnungs-Kurve von Stahl. Düsseldorf: Stahleisen

Dawe, R.A.; Smith, E.B. (1970): Viscosities of the inert gases at high temperatures. J. Chem. Physics 52, 693-703

Dawe, R. A. (1973): A method of correcting curved-pipe flow effects occuring in coiled capillary viscometers. Rev. Sci. Instr. 44, 1231-1233 Dawe, R. A. (1973): The slip correction in accurate viscometry. Rev. Sci. Instr. 44, 1271-1273

Demer, L. J.; Fentnor, L. H. (1971): Lamb Wave Techniques in Nondestructive Testing. In: Physics and Nonestructive Testing (hrsg. v. McGonnagle, W. J.) Band 2, 121–153. London: Gordon and Breach DIN Taschenbuch 18 (1988): Kunststoffe, Mechanische und thermische Eigenschaften. Berlin: Beuth

DIN Taschenbuch 19 (1981): Materialprüfnormen für metallische Werkstoffe. 1. Probenahme, Abnahme, Prüfgeräte, Prüfmaschinen, mechanisch-technologische Prüfverfahren. Berlin: Beuth

DIN Taschenbuch 47 (1988): Kautschuk und Elastomere. 1. Physikalische Prüfverfahren. Berlin: Beuth DIN 53914 (1980): Prüfung von Tensiden. Bestimmung der Oberflächenspannung

Dransfeld, K.; Salzmann, E. (1970): Excitation, Detection and Attenuation of High-Frequency Elastic Surface Wave. In: Physical Acoustics, Principles and Applications (hrsg. v. Mason, W. P.; Thurston, R. N.) Band VII. New York: Academic Press

Eder, F.C. (1988): Moderne Meßmethoden der Physik. Teil 1: Mechanik, Akustik, Berlin: VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften

Engan, H. (1978): Phase Sensitive Laser Probe for High-Frequency Surface Acoustic Wave Measurements. IEEE Trans. Sonics. Ultrason. SU-25, Nr. 6, 372–377

Eringen, A. C.; Suhubi, E. S. (1975): Elastodynamics. Band II: Linear Theory, New York: Academic Press Erk, S. (1929): Über Zähigkeitsmessungen nach der Kapillarmethode. Z. Tech. Physik **10**, 452–457

Erk, S. (1932): Zähigkeitsmessungen. In: Handbuch der Experimentalphysik 4, Leipzig: Akademische Verlagsgesellschaft

Eucken, A. (1949): Lehrbuch der chemischen Physik (3. Aufl.); hier: Band II/2, 917-918

Eyerer, P. (1978): Kleinlast- und Mikrohärteprüfung (Eindringverfahren) an nichtmetallischen Werkstoffen. VDI-Berichte 308, 23-28

Ferguson, J.; El-Tawashi, M. K. H. (1980): The measurement of elongational viscosity of polymer solutions. Proc. VIIIth, Int. Congr. Rheol., Vol. 2, 257–263

Ferguson u. Kennedy: Proc. Phys. Soc. 44, 511 (1932) u. Phil. Mag. 26, 41 (1938)

Fine, M. E. (1952): Dynamic Methods of Determining the Elastic Constants and their Variation in Metals, S. 43-70 ASTM Symposium on Determination of Elastic Constants. Special Technical Publication Nr. 129, American Society for Testing Materials, Philadelphia

Finzel, R.; Seemann, F. W. (1977): Korrekturtabellen für das Ringverfahren zur Messung der Oberflächenspannung. PTB-Mitt. 87, 296-301

Finzel, R. (1976): Das Plattenberührungsverfahren zur Präzisionsmessung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten. PTB-Ber. IB-4

Fraser, D. B.; Le Craw, R. C. (1964): Novel Method of Measuring Elastic and Anelastic Properties of Solids. Rev. Sci. Instr. 35, 1113-1115

Fritz, W.; Hennhöfer, J. (1942): Messung der Zähigkeit von flüssigem Stickstoff. Z. ges. Kälteindustrie 49, 41-46

Frobin, R. (1965): Vergleich verschiedener Verfahren zur Aufnahme von Fließkurven. Fertigungstechn. u. Betrieb 15, 550-554

Frohberg, M. G.; Weber, R. (1964): Die Messung der Viskosität hochschmelzender Metalle und Legierungen. Rheol. Acta 3, 238–244

Geiger, K.; Kühnle, H. (1984): Analytische Berechnung einfacher Scherströmungen aufgrund eines Fließgesetzes vom Carreauschen Typ. Rheol. Acta 23, 355-367

Gent, A.N.; Rivlin, R.S. (1952): Experiments on the Mechanics of Rubber. II. The Torsion, Inflation and Extension of a Tube. Proc. Phys. Soc. London B 65, 487-501

Gieleßen, J.; Schmatz, W. (1960): Eine Meßanordnung zur Bestimmung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten unter Fremdgasdruck bis 1000 kp/cm². Z Instr. **68**, 109–113

Giesekus, H. (1961): Ebene Strömungen und eine experimentelle Anordnung zu ihrer Realisierung. Rheol. Acta 2, 112–122

Giesekus, H. (1963): A symmetric formulation of the linear theory of viscoelastic materials. Prov. IVth Int. Congr. Rheol., Vol. 3, 15-28

Giesekus, H.; Langer, G. (1977): Die Bestimmung der wahren Fließkurve nicht-newtonscher Flüssigkeiten und plastischer Stoffe mit der Methode der repräsentativen Viskosität. Rheol. Acta 16, 1-22

Golubev, I. F.; Gnezdilov, N. E. (1971): Viskosität von Gasgemischen (russ.) Moskau: Verlag des staatl. Komitees für Standards

Graff, K. F. (1975): Wave Motion in Elastic Solids. London: Oxford University Press

Gross, B. (1968): The mathematical structure of the theories of viscoelasticity. Paris: Hermann

Han, C. D. (1976): Rheology in polymer processing. New York, San Francisco, London: Academic Press Harkins, W. D.; Jordan, H. F. (1930): A method for the determination of surface and interfacial tension from the maximum pull on a ring. J. Am. Chem. Soc. 52, 1751-1782

Heiser, M.; Lange, G. (1992): Scherbruch in Aluminium-Legierungen infolge lokaler plastischer Instabilität. Z. Metallkunde **83**, 115-122

Hirschfelder, J. O.; Curtiss, C. F.; Bird, R. B. (1964): Molecular theory of gases and liquids. New York, London: John Wiley

Huh, C.; Mason, S. G. (1975): A rigorous theorie of ring tensiometry. Coll. and Polymer Sci. **253**, 566–580 Jasper, J. J. (1972): The surface Tension of Pure Liquid Compounds. J. Phys. Chem. Ref. Data **1**, 841–1009 (Oberflächenspannungswerte von 2200 Flüssigkeiten, auch in Abhängigkeit von der Temperatur)

Kaminski, M. (1957): Untersuchungen über die Wechselwirkung Ion-Lösungsmittel, insbesondere aufgrund von Viskositätsmessungen. Z. Naturforsch. **12a**, 424-433

Kapitza, H.; Utschik, H.; Rothe, H. J. (1968): Eine Apparatur zur genauen Bestimmung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten. Chem. Techn. 20, 489-490

Kestin, J.; Leidenfrost, W. (1959): An absolute determination of the viscosity of eleven gases over a range of pressures. Physica 25, 1033-1062

Kestin, J.; Ro, S. T.; Wakeham, W. A. (1971): Reference values of the viscosity of twelve gases at 25°C. Trans Faraday Soc. 67, 2309-2313

Kirschke, K. (1968): Arbeiten zur Normung eines Kapillarviskosimeters für hohe Schergefälle. Rheol. Acta 7, 354-360

Kneser, H. O. (1949): Druck- und Schubviskosität in Gasen. Ann. Physik 6, 253-256

Krause, U. (1962): Vergleich verschiedener Verfahren zum Bestimmen der Formänderungsfestigkeit bei der Kaltumformung. Diss. Techn. Hochschule Hannover

Kulicke, W. M. (1986, Ed.): Fließverhalten von Stoffen und Stoffgemischen. Basel: Hüthig & Wepf

Kulicke, W. M.; Porter, R. S. (1977): Inertial normal-force corrections in rotational viscometry. Rheol. Acta 16, 568-572

Kuss, E. (1977): The design of a high-pressure viscometer for temperatures up to 300°C. High Temperatures – High Pressures 9, 415–421; –: Hochdruckuntersuchungen. Z. angew. Physik 7 (1955) 372–378; 10 (1958) 566–575

Kuss, E.; Pollmann, P. (1969): Viskositäts-Druck-Abhängigkeit und Verzweigungsgrad flüssiger Alkane. Z. physikal. Chemie NF 68, 205-227

Langborn, P. L.; McKay, S. C. (1974): Experiments on the characterization of viscoelastic fluid with particular reference to polymer solutions. NEL Report 573, East Kilbride

Lange, K. (1972): Lehrbuch der Umformtechnik, Band 1. Berlin: Springer

Lange, G. (1976): Der Ablauf des Bruches in duktilen, zugbeanspruchten Legierungen. Z. Metallkde. 67, 372-379

Lange, G. (1974): Vereinfachte Ermittlung der Fließkurven metallischer Werkstoffe im Zugversuch während der Einschnürung der Proben. Arch. Eisenhüttenwes. **45**, 809–812

Lange, G. (1981): Über den Bruch metallischer Werkstoffe. In: Stüwe, H.-P.: Verformung und Bruch. Wien: Österreichische Akademie der Wissenschaften

Lange, G. (1992): Systematische Beurteilung technischer Schadensfälle, 3. Aufl. Oberursel: Deutsche Gesellschaft für Materialkunde

Laun, H. M. (1978) Description of the non-linear shear behaviour of a low density polyethylene melt by means of an experimentally determined strain dependent memory function. Rheol. Acta 17, 1-15

Laun, H. M. (1988): Rheological properties of polymer dispersions with respect to shear-induced particle structures. Progress and Trends in Rheology II, 287-292

Laun, H. M.; Münstedt, H. (1978): Elongational behaviour of a low density polyethylene melt. Rheol. Acta 17, 415–425

Lee, J.S.; Bobbitt, P.J. (1969): Transport properties at high temperature of CO₂-N₂-O₂-Ar-mixtures for interplanetary entry applications. Report NASA TN D-5476

Lehmann, J.K. (1985): Ein neues halbautomatisches Rankine-Viskosimeter. Wiss. Z. Univ. Rostock 34, Naturwiss. Reihe H. 8, 42-48

Lenard, P.; v. Dallwitz-Wegener, R.; Zachmann, E. (1924): Über Oberflächenspannung, besonders nach der Abreißmethode und über die Oberflächenspannung des Wassers. Ann. Phys. 74, 381-404

Lippmann, H.; Mahrenholtz, O. (1967): Plastomechanik der Umformung metallischer Werkstoffe. 1. Band. Berlin: Springer Manning, C. D.; Seriven, L. D. (1977): On interfacial tension measurement with a spinning drop in gyrostatic equilibrium. Rev. Sci. Instrum. **48**, 1699–1705

Marsh, K. N. (1987, Ed.): Recommended reference materials for the realization of physicochemical properties. UPAC. Section 4: Viscosity. Oxford: Blackwell; (in Deutschland: Physikalisch-Technische Bundesanstalt) Marsh, D. M. (1961): Micro-Tensile Testing Machine, J. Sci. Instru. **38**, 229–234

Marvin, R. S. (1971): The accuracy of measurements of viscosity of liquids. J. Res. NBS 75A, 535-540

Mayinger, F. (1962): Messungen der Viskosität von Wasser und Wasserdampf bis zu 700°C und 800 at. Int. J. Heat Mass Transfer 5, 807–824

Meerlender, G. (1976): On the use of Rankine-type viscometers for gases. Proc. VIIth Int. Congr. Rheol., 456-457

Meerlender, G. (1967): Die erweiterte Jenckel-Gleichung, eine leistungsfähige Viskositäts-Temperatur-Formel. Rheol. Acta 6, 359-377

Meißner, J. (1971): Dehnungsverhalten von Polyäthylenschmelzen. Rheol. Acta 10, 230-242

Meskat, W. (1964): Viskosimetrie. In: Hengstenberg, J.; Sturm, B.; Winkler, O. (Ed.): Messen, Steuern, Regeln in der chemischen Verfahrenstechnik. 2. Aufl., 856–993, Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer

Moser, H. (1927): Der Absolutwert der Oberflächenspannung des reinen Wassers nach der Bügelmethode und seine Abhängigkeit von der Temperatur. Ann. Phys. 82, 993–1013

Müller, W. (1932): Einführung in die Theorie der zähen Flüssigkeiten. Leipzig: Akademische Verlagsgesellschaft

Muschelknautz, E.; Heckenbach, M. (1980): Rheologische Betriebsmeßverfahren. In: Hengstenberg, J.; Sturm, B.; Winkler, O. (Ed.): Messen, Steuern, Regeln in der chemischen Verfahrenstechnik. 3. Aufl., Band II, 431-505. Berlin, Heidelberg, New York: Springer

Nevin, J. (1956): Amer. Oil Chemist. Soc. 33, 95

Padday, J. F. (1969): Surface Tension. In: Matijevic, E.: Surface and Colloid Science, Vol. 1. London, Sydney, Toronto, New York: John Wiley

Panknin, W. (1964): Die Bestimmung der Fließkurve und der Dehnungsfähigkeit von Blechen durch den hydraulischen Tiefungsversuch. Ind.-Anz. **86**, 915-918

Panknin, W.; Bach, M. (1972): Anleitung zur experimentellen Bestimmung der Fließkurven metallischer Werkstoffe. DFBO-Mitt., 15-22

Pawelski, O. (1967): Über das Stauchen von Hohlzylindern und seine Eignung zur Bestimmung der Formänderungsfestigkeit dünner Bleche. Arch. Eisenhüttenwes. **38**, 437-442

Pawelski, O. et al. (1978): Der Warmumformsimulator des Max-Planck-Institutes für Eisenforschung – ein neues Konzept zur Erforschung schneller Warmumformvorgänge. Stahl u. Eisen **98**, 181–189

Peng, S. T. J.; Landel, F. R. (1976): Preliminary investigation of elongational flow of dilute polymer solutions. J. Appl. Physics 47, 4255-4260

Peterlin, A. (1953): Viscosität. In: Stuart, H. A.: Die Physik der Hochpolymeren II, S. 280-332 und 525-568. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer

Petrie, C. J. S. (1979): Elongational flows. London: Pitman

Philipoff, W. (1942): Die Viskosität der Kolloide. Dresden, Leipzig: Steinkopff

Phillips, T. W.; Murphy, K. P. (1970): Liquid viscosity of halocarbones. J. Chem. Engng. Data **15**, 304–307 PTB (1992): Stoffdatenblätter der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt; hier: Entwurf SDB 2

Plebanski, T. (1980): Recommended reference materials (UPAC). Pure Appl. Chem. 52, 2395-2404 (in Deutschland: Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig)

Pöhlandt, K. (1979): Stauchversuch zur Ermittlung von Fließkurven nach Rastegaev. Ind.-Anz. 101, 28-29

Pöhlandt, K.; Lach, E. (1981): Beitrag zur Prüfung metallischer Werkstoffe im Torsionsversuch. Rheol. Acta 20, 536-541

Ray, A.K. (1964): A new determination of the kinematic viscosity steam at supercritical pressure and temperatures. J. Mech. Engng. Sci. 6, 137

Reihle, M. (1961): Ein einfaches Verfahren zur Aufnahme der Fließkurve von Stahl bei Raumtemperatur. Arch. Eisenhüttenwes. **32**, 331–336

Retting, W. (1972): Viskoelastisches Verhalten bei zügig wachsender Spannung und Verformung. In: Schreyer, G. (Hrsg.), Konstruieren mit Kunststoffen, München: Carl Hanser, S. 456-501

Richards, J. T. (1952): An Evaluation of several Static and Dynamic Methods for Determining Elastic Moduli. S. 71-100. ASTM Symposium on Determination of Elastic Constants. Special Technical Publication Nr. 129 American Society for Testing Materials, Philadelphia Rivlin, R. S.; Saunders, D. W. (1951): Large Elastic Deformations of Isotropic Materials VII: Experiments of the Deformation of Rubber. Phil. Trans. Roy. Soc. London A 243, 251–288

Rosenhead, L. (1954): A discussion of the first and second viscosities of fluids. Proc. Roy. Soc. A 226, Symposium mit 15 Einzelbeiträgen, 1-65

Rost, U. (1955): Das Viscositäts-Temperatur-Verhalten von Schmierölen. Erdöl und Kohle 8, 468-473

Sato, Y.; Usami, T. (1962): Basic Study on the Oscillation of a Homogeneous Elastic Sphere (3 Teile). Geophys. Magazine 31, 15-62

Savins, J.G. (1968): Shear thickening phenomena in poly(vinyl)alcohol-borate complexes. Rheol. Acta 7, 87-93

Scheffler, K.; Straub, J.; Grigull, U. (1981): Wasserdampftafeln. Berlin, Heidelberg, New York: Springer Schramm, B. (1969): Berechnung von Viskositäten und Diffusionskoeffizienten aus zwischenmolekularen Wechselwirkungen. In: Landolt-Börnstein, Zahlenwerte und Funktionen, 6. Aufl. Band II/5a, S. 726-729, Berlin: Springer

Schreiber, E.; Anderson, O.L.; Soga, N. (1973): Elastic Constant and their Measurement. New York. McGraw-Hill

Schwuger, M. J.; Rostek, H. M. (1971): Automatische Apparatur zur Messung der Oberflächenspannung nach der Wilhelmy-Methode. Chem. Ing. Techn. 43, 1075-1078

Siebel, E.; Schwaigerer, S. (1948): Zur Mechanik des Zugversuchs. Arch. Eisenhüttenwes. 19, 145-152

Smith, H. I. (1971): The Physics and Technology of Surface Elastic Waves. In: Physics and Nondestructive Testing (hrsg. v. McGonnagle, W. J.) Band 3, 141–169. London: Gordon and Breach

Sobr, J. (1972): A new type of capillary viscometer. J. Phys. E 5, 406-407

Spinner, S.; Reichard, T. W.; Tefft, W. E. (1960): A Comparison of Experimental and Theoretical Relations between Young's Modulus and the Flexural and Longitudinal Resonance Frequencies of Uniform Bars. J. Research Nat. Bur. Stand. 64 A, 147-155

Spinner, S.; Tefft, W.E. (1961): A Method for Determining Mechanical Resonance Frequencies and for Calculating Elastig Moduli from these Frequencies. - ASTM Proc. 61, 1221-1238

Stahlberger, B.; Guyer, A. (1950): Die Messung von Oberflächenspannungen nach der Ringmethode mit neuen apparativen Hilfsmitteln. Helvet. Chim. Acta 33, 243-249

Stegemann, G.J.A. (1981): Acousto-Optic Phenomena. In: Methods of Experimental Physics (hrsgeg. v. Marton, L. und Marton, C.) Band 19, 455-492. New York: Academic Press

Stephan, K.; Lucas, K. (1979): Viscosity of dense fluids. New York, London: Plenum Press

Stüwe, H.-P.; Turck, H. (1964): Zur Messung von Fließkurven im Torsionsversuch. Z. Metallkde 55, 699-703

Sturm, K. G. (1981): Thermische Ausdehnung und Glasübergang als Bestimmungsgrößen der Viskosität von Flüssigkeiten. Rheol. Acta 20, 59-63

Timrot, D.L.; Chlopkina, A.W. (1973): Experimentelle Bestimmung der Viskosität von Wasser und Wasserdampf bis zu hohen Temperaturen und Drücken (russ.). Teploenergetica Nr. 7, 1271–1273

Tornberg, E. (1977): A surface tension apparatus according to the drop volume principle. J. Coll. and Interf. Sci. **60**, 50–53

Truesdell, C.; Noll, W. (1965): The non-linear field theories of mechanics. In: Flügge, S. (Ed.): Handbuch der Physik II/3. Berlin, Heidelberg, New York: Springer

Tschoegl, N. W. (1989): The phenomenological theory of linear viscoelastic behavoir – an introduction. Berlin: Springer

Ubbelohde, L. (1965): Zur Viskosemetrie. 7. Aufl. (bearb. v. Göttner, G. H.; Weber, W.) Stuttgart: Hirzel Van Wazer, J. R.; Lyons, J. W.; Kim, K. Y.; Colwell, R. E. (1963): Viscosity and flow measurement. New York, London: John Wiley

VDMA (1982, Ed.): Kenndaten für die Verarbeitung thermoplastischer Kunststoffe, Teile 2, Rheologie, München: Hanser

Viktorov, I. A. (1967): Rayleigh and Lamb Waves. Physical Theory and Applications. New York: Plenum-Press

Wagner, M. H. (1977): Prediction of primary normal stress difference from shear viscosity data using a single integral constitutive equation. Rheol. Acta 16, 43-50

Wakeham, W. A.; Nagashima, A.; Sengers, J. V. (1991, Ed.): Measurement of the transport properties of fluids. Oxford: Blackwell

Walters, K. (1975): Rheometry. London: Chapmann Hall

Weber, W. (1968): Richtungskonstante m nach Walther oder n nach Umstätter? Erdöl und Kohle 21, 621-623

Weber, W. (1975): Über die Druckabhängigkeit der Viskosität von Alkohol-Wasser-Gemischen. Rheol. Acta 14, 1012-1025

Weber, W.; Fritz, W. (1963): Über die Größe der Hagenbach-Couette-Korrektur und den Einfluß der Oberflächenspannung beim Ubbelohde-Viskosimeter. Rheol. Acta 3, 34-43

Weiler, W. (1965): Beitrag zur Abhängigkeit der Vickershärte von der Prüfkraft bei verschiedenartiger Oberflächenbehandlung. Materialprüfung 7, 337-340

Weiler, W. u. a. (1990): Härteprüfung an Metallen und Kunststoffen. 2. Aufl. Ehningen bei Böblingen: expertverlag

Weiss, W. (1984): A rapid method for measuring the viscosity of silica glass up to 2200 °C. J. Amer. Ceram. Soc. 67, 213–222

White, R. M. (1981): Surface Elastic Waves. In: Methods of Experimental Physics (hrsg. v. Marton, L.; Marton, C.) Band 19, 495-532. New York: Academic Press

Wilkinson, M. C.; Kidwell, R. L. (1971): A mathematical description of the Harkins and Brown correction curve for the determination of surface and interfacial tensions. J. Coll. and Interf. Sci. 35, 114-119

Wilkinson, M. C. (1972): Extended use of, and comments on, the drop-weight (drop volume) technique for the determination of surface and interfacial tensions. J. Coll. and Interf. Sci. 40, 14–26

Winter, H. H.; Macosko, C. W.; Bennett, K. E. (1979): Orthogonal stagnation flow. Rheol. Acta 18, 323–334 Wobser, R.; Müller, F. (1940): Die innere Reibung von Gasen und Dämpfen und ihre Messung im Höppler-Viskosimeter. Kolloid-Beihefte 52, 165–276

Wolf, K. L.; Wolff, R. (1955): Oberflächenspannung und Oberflächenaktivität. In: Houben-Weyl: Methoden der organischen Chemie. Bd. III Teil 1, 449–479. Stuttgart: Georg Thieme

Yoshida, K.; Kurano, Y.; Kawata, M. (1976): An oscillating-disk viscometer with automatic measuring system for the decrement of oscillation. Proc. VIIth Int. Congr. Rheol., 470-471

Zidan, H. (1969): Zur Rheologie des Spinnprozesses. Rheol. Acta 8, 89-123

Zuidema, H. H.; Waters, G. W. (1941): Ring method for the determination of interfacial tension. Industr. and Engin. Chem. Analyt. Edit. 13, 312-313