

Hinweise zur Methodenentwicklung für DMA-Messungen in 3-Punkt-Biegung

Dr. Markus Schubnell

In der 3-Punkt-Biegung ist in der Messmethode neben den maximalen Weg- und Kraftamplituden auch eine Offset-Kraft zu spezifizieren. In diesem Beitrag zeigen wir ein mögliches Vorgehen zur Bestimmung der Offset-Kraft und der anderen Messparameter. Auch schätzen wir die Unsicherheit der in der 3-Punkt-Biegung resultierenden Modulwerte ab.

Einleitung

Keramiken, Metalle und Verbundwerkstoffe werden in der DMA meistens in 3-Punkt-Biegung (vgl. auch mit Abbildung 1) gemessen. Dabei wird die Probe nicht geklemmt, sondern lediglich durch eine an die Probe angelegte Vorkraft in der Einspannvorrichtung gehalten. Diese Vorkraft muss mindestens der Kraftamplitude entsprechen, mit der die Probe beaufschlagt wird, sonst verliert die Probe den Kontakt zur Einspannvorrichtung. Die Vorkraft wird bei 3-Punkt-Biegemessungen in der Regel als „Konstantstrom-Offset“ bereit gestellt (Einzelheiten siehe im nächsten Abschnitt).

In diesem Beitrag sind Hinweise zur Bestimmung von sinnvollen Messparametern für Experimente in 3-Punkt-Biegung zusammengefasst. Ebenso wird versucht, die Unsicherheit der in 3-Punkt-Biegung gemessenen Modulwerte abzuschätzen.

Die verschiedenen Offset-Kontroll-Modi in der DMA861^e

Offset-Kontroll-Modus „Konstantstrom-Offset“

Im Offset-Kontroll-Modus „Konstantstrom-Offset“ wird vom Kraftgenerator zusätzlich zur dynamischen Kraft mit der Amplitude F_A eine konstante Vorkraft, F_{cc} erzeugt. Der Kraftgenerator koppelt die erzeugte Kraft über eine Membran an die Probe an. Membran und Probe (mit Probenhalter und Gestänge) sind parallel geschaltet. Ein Teil von F_{cc} wird also zur Deformation der Membran benötigt. Wenn die Steifigkeit der Probe 2- bis 3-mal grösser ist als die Steifigkeit der Membran, dann liegt praktisch die gesamte vom Motor erzeugte Vorkraft F_{cc} auch an der Probe an.

Die Steifigkeit der Membran wird während der mechanischen Justierung des Gerätes bestimmt und beträgt typisch ~ 6 N/mm für den 40 N Kraftgenerator, und ~ 3 N/mm für den 12 bzw. 18 N Kraftgenerator. Das bedeutet, dass ab einer Probensteifigkeit von etwa 12 N/mm und grösser die gesamte Vorkraft an der Probe anliegt.

Ist die Probensteifigkeit etwa so gross wie die der Membran des Kraftgenerators, verringert sich die Vorkraft, die tatsächlich auf die Probe wirkt, um die Hälfte. Bei noch weicheren Proben wird sie entsprechend kleiner. Dieser Effekt kann teilweise ausgenutzt werden, wenn die

Probe beim überschreiten des Glasübergangs weich wird. Es wird dann die tatsächlich wirkende Vorkraft reduziert und so die Vordeformation der Probe verringert, wodurch ein messen von weicheren Proben überhaupt erst ermöglicht wird.

Die Messkurve „Force Offset“, die im Auswertefenster dargestellt werden kann, ist die tatsächlich an der Probe anliegende statische Vorkraft. Der Konstantstrom-Offset Modus wird vor allem bei Experimenten in 3-Punkt-Biegung verwendet.

Bei hinreichend steifen Proben (über 12 N/mm) entspricht die eingestellte Kraft der auf die Probe wirkenden Vorkraft.

Die Kraftamplitude wird nicht von der Membran beeinflusst, da sie mittels des Kraftsensors gegebenenfalls geregelt wird.

Die Probensteifigkeit S_s berechnet sich nach

$$S_s = \frac{E}{g} \quad (1)$$

aus dem Modul der Probe E und dem Geometriefaktor g . Für eine quaderförmige Probe ist der Geometriefaktor bei 3-Punkt-Biegung

$$g = \frac{l^3}{4 \cdot b \cdot h^3} \quad (2)$$

Hier bedeuten l , b und h die Abmessungen der Probe (l = Einspannlänge, b = Breite, h = Dicke).

Offset-Kontroll-Modus „Autooffset“

Im Autooffset-Modus wird zunächst die Vorspannung gesucht, mit der die Probe während einer Messung gerade noch

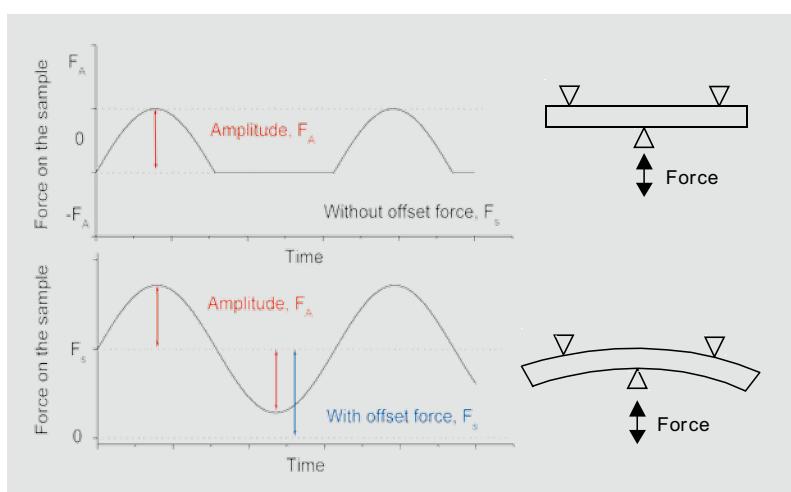


Abbildung 1:
Bei der 3-Punkt-Biegung wird die Probe durch die Vorkraft F_s in der Einspannvorrichtung „gehalten“. Ohne Vorspannung (oben) liegt an der Probe zeitweise keine Kraft an. Erst mit einer Offset-Kraft $F_s > F_A$ wird die Probe ständig in der Einspannvorrichtung gehalten (unten).

gehalten wird ($\text{Autooffset} = 100\%$; dies entspricht der Bedingung $F_s = F_A$ (siehe auch Abbildung 1)). Die tatsächlich anzulegende Vorspannung wird anschließend in Einheiten dieser minimalen Vorspannung ausgedrückt. Die Bestimmung der Vorspannung im Autooffset-Modus erfolgt demzufolge in einem iterativen Verfahren, was gegenüber dem Konstantstrom-Modus die für die Messung eines Modulwerts benötigte Zeit etwas verlängert. Der Vorteil des Autooffset-Modus liegt darin, dass die Vorspannung an die sich mit der Temperatur ändernde Probensteifigkeit kontrolliert angepasst wird. Der Autooffset-Modus wird vor allem bei „weichen“ Proben verwendet, die in Zug gemessen werden. Typische Werte sind $120\% - 180\%$.

Beispiel: $\text{Autooffset} = 150\%$; Annahme: für eine Deformationsamplitude von $100\text{ }\mu\text{m}$ wird eine Kraft von 0.5 N benötigt → die Autooffset-Kraft beträgt $150\% \times 0.5\text{ N} = 0.75\text{ N}$.

Bestimmung der Messparameter für 3-Punkt-Biegemessungen

Bemerkungen zur Probengeometrie

Bei 3-Punkt-Biegemessungen müssen in der Messmethode die maximale Wegamplitude, die maximale Kraftamplitude und die anzulegende Vorspannung spezifiziert werden. Um diesbezüglich vernünftige Werte zu bestimmen, muss die Steifigkeit der zu vermessenden Probe abgeschätzt werden. Die Steifigkeit einer Probe ist nach Gleichung (1) und (2) durch die Probengeometrie und den Modul der Probe bestimmt.

Die Probensteifigkeit sollte mindestens 5-mal kleiner sein als die Probenhaltersteifigkeit.

Bei der 3-Punkt-Biegeeinrichtung ist die Probenhaltersteifigkeit abhängig von der Einspannlänge. Typische Werte für die Probenhaltersteifigkeit der 3-Punkt-Biegeeinrichtung in der DMA861^e sind in Tabelle 1 dargestellt.

Stellt man fest, dass die Probensteifigkeit weniger als 5-mal kleiner ist als die Probenhaltersteifigkeit, werden die Messergebnisse zunehmend unsicher. In diesem Fall sollte durch eine Änderung der Probengeometrie die Probensteifigkeit reduziert werden. (Das geschieht in 3-Punkt-Biegung am einfachsten durch eine grössere Einspannlänge.)

Hat man sich gemäss obigem Kriterium für eine geeignete Probengeometrie entschieden, geht es in einem nächsten Schritt um die Bestimmung der eingangs erwähnten Methodenparameter. Ein dazu geeignetes Vorgehen ist im Folgenden am Beispiel einer Probe aus glasfaserverstärktem Epoxidharz (Leiterplatte) illustriert.

Beispiel: Bestimmung der Methodenparameter für eine DMA Messung einer Leiterplatte

Der Modul dieses Materials beträgt typisch etwa 25 GPa . Die Probengrösse betrug $100 \times 7.51 \times 1.51\text{ mm}$.

Es wurde für sämtliche hier beschriebenen Messungen immer die gleiche Probe verwendet.

Die Messungen wurden mit einer DMA/SDTA861^e (40 N Kraftgenerator) gemacht. Sämtliche Experimente wurden bei Raumtemperatur durchgeführt. Die Frequenz betrug 1 Hz.

Wir entschieden uns, die Messungen bei einer Einspannlänge von 50 mm durchzuführen. Damit beträgt die Pro-

bensteifigkeit 20.7 N/mm , was weit unterhalb der Probenhaltersteifigkeit ($= 2464\text{ N/mm}$) liegt.

Dann wurde untersucht, wie sich unterschiedliche Wegamplituden und Vorspannungen auf die Messergebnisse auswirken. Dazu wurden Methoden erstellt, in denen für eine bestimmte Wegamplitude die Vorspannung nach jeweils 4 Minuten erhöht wurde. Die Kraftamplitude wurde auf einen unrealistisch hohen Wert (20 N) gesetzt. Dadurch wird das Experiment durch die vorgegebene Wegamplitude kontrolliert.

In Abbildung 2 sind Ergebnisse derartiger Messungen für Wegamplituden von 80 und $120\text{ }\mu\text{m}$ dargestellt.

Die gewählte Wegamplitude kann erst angelegt werden, wenn eine ausreichende Vorspannung an der Probe anliegt. Bei einer Wegamplitude von $80\text{ }\mu\text{m}$ ist dies ab etwa 2 N der Fall, bei $120\text{ }\mu\text{m}$ ab etwa 4 N .

Die Abbildung zeigt eine scheinbare (geringe) Abhängigkeit von E^* und $\tan\delta$ von der Vorspannung. Ursache für diese scheinbare Abhängigkeit von E^* und $\tan\delta$ ist die Ankopplung der Probe an die Einspannvorrichtung. Damit ein guter Kontakt der Probe zur Einspannvorrichtung entsteht, sind insbesondere bei Proben mit einer rauen Oberfläche hohe Vorspannungen erforderlich. Unter optimalen Messbedingungen sollte $\tan\delta$ möglichst klein und unabhängig von der Wegamplitude sein. Ebenso sollte der Modul unter optimalen Messbedingungen möglichst gross und unabhängig von den Parametern der Messmethode sein. Im Beispiel ist dies bei Vorspannungen ab etwa 6 N der Fall. Geht es also darum, den Modul dieser Leiterplatte bei Raumtemperatur zu bestimmen, so sind beispielsweise ein Konstantstrom-Offset von 14 N und eine Wegamplitude von $80\text{ }\mu\text{m}$ mögliche Parameter für die Messmethode.

Während einem temperaturabhängigen DMA-Experiment wird der Modul des Materials während des Aufheizens kleiner. Für die hier untersuchte Leiterplatte beträgt der Modul nach der Glasumwandlung, die bei etwa $90\text{ }^\circ\text{C}$ liegt, noch etwa 8 GPa . Mit einer hohen Offsetkraft

Tabelle 1:
Steifigkeit der
3-Punkt-Biege-
einrichtung für
verschiedene
Einspannlängen
(typische Werte).

Einspannlänge in mm	Probenhaltersteifigkeit in N/mm
30	4094
40	2730
50	2464
60	2391
70	2181
80	1721

$F_{cc} = 14$ N würde die Probe nach der Glasumwandlung wegen der reduzierten Steifigkeit um etwa 1.1 mm vordeformiert. Diese Vordeformation ist viel zu gross, das Material unnötig belastet. Aus diesem Grund sollten für diese Probe lediglich 6 N als Konstantstrom-Offset verwendet werden.

Auch bei 6 N Konstantstrom-Offset resultiert im Gummizustand eine Vordeformation von etwa 475 µm. Zu dieser statischen Vordeformation kommt noch die dynamische Deformation hinzu. In dem Zusammenhang stellt sich die Frage, ob damit der Linearitätsbereich der Probe nicht überschritten wird. Um das zu beantworten, muss die Dehnung der Probe abgeschätzt werden.

In der 3-Punkt-Biegung lässt sich die Dehnung, ϵ , gemäss

$$\epsilon = \frac{3}{2} \cdot \frac{F \cdot l}{E^* \cdot b \cdot h^2} \quad (3)$$

abschätzen. Hier bedeutet F die Summe der an die Probe angelegten Kräfte (statische Vorkraft, F_s , plus dynamische Kraftamplitude, F_A), l die Einspannlänge, E^* der Modul des Probenmaterials, b die Probenbreite, und h die Probedicke. Für die untersuchte PCB-Probe ($l = 50$ mm, $b = 7.51$ mm, $h = 1.51$ mm) wird die Dehnung im Glas ($E^* = 25$ GPa) etwa 0.1 % und im Gummplateau ($E^* = 8$ GPa) etwa 0.26 % (Annahmen: $F_{cc} = 6$ N, Wegamplitude = 80 µm, d.h. die dynamische Kraftamplitude beträgt etwa 1.6 N im Glaszustand und 0.5 N im Gummizustand).

Abschätzung der Unsicherheit der Modulwerte

Die Unsicherheit der gemessenen Modulwerte in 3-Punkt-Biegung ist im Wesentlichen bedingt durch

- Unsicherheiten bezüglich der Probengeometrie
- Ankopplung der Probe an die Einspannvorrichtung (scheinbare Abhängigkeit des Moduls von den Methodenparametern)
- Einspannen der Probe
- Reproduzierbarkeit der Messung

Im Folgenden wird versucht, die einzelnen Beiträge für die hier untersuchte Probe abzuschätzen und daraus eine Ge-

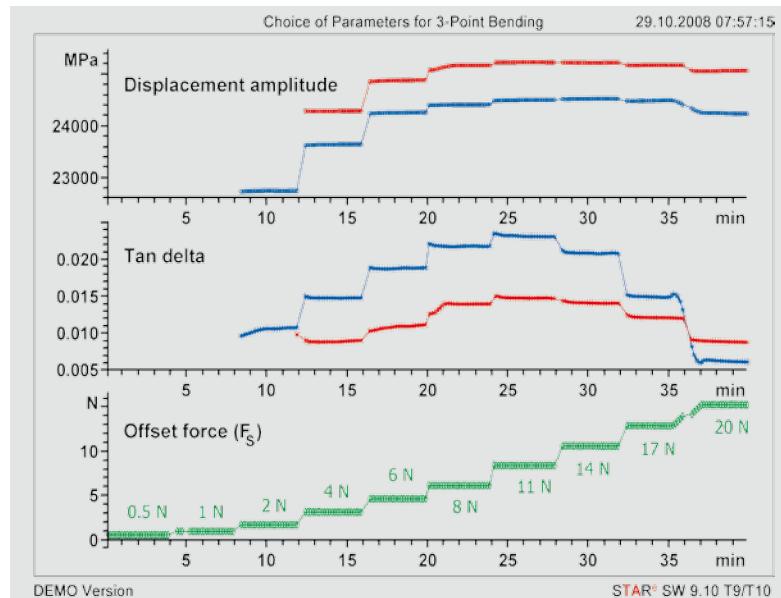


Abbildung 2:
Modul E^* , $\tan \delta$ und an der Probe anliegende Vorspannung (Offset Force, F_s) bei Wegamplituden von 80 und 120 µm. Die Werte für den in den Messsegmenten spezifizierten Konstantstrom-Offset sind ebenfalls angegeben. Die Kurve für die Vorspannung ist für beide Wegamplituden die gleiche.

samtunsicherheit für den Modulwert im Glas zu bestimmen.

Probengeometrie

Sind die Unsicherheiten bei der Bestimmung der Abmessungen der Probe bekannt, so lässt sich die relative Standardabweichung des Geometriefaktors gemäss

$$s_g [\%] =$$

$$\sqrt{9 \cdot \left(\frac{\Delta_h}{h} \right)^2 + \left(\frac{\Delta_b}{b} \right)^2} \cdot 100\% \quad (4)$$

berechnen. Hier bedeuten Δ_h und Δ_b die Unsicherheiten der Breite b und der Dicke h der Probe. Die Unsicherheit, die sich aus der Unsicherheit der Einspannlänge ergibt, ist vernachlässigbar (Grund: b und h sind typisch mindestens etwa 10-mal kleiner als die Einspannlänge).

Die Unsicherheiten bezüglich Breite und Dicke stammen vor allem aus den Abweichungen der tatsächlichen Probengeometrie von einer angenommenen,

idealen Probengeometrie (in der Regel Quader). Sie sind entsprechend schwierig zu quantifizieren. Für die hier vermessene Leiterplatte nehmen wir für Δ_h und Δ_b Werte von je 0.05 mm an (diese Werte sind aus unserer Erfahrung bereits ausgezeichnet). Für unsere Probe ergibt sich damit eine relative Standardabweichung für den Geometriefaktor von $s_g = 10\%$.

Dies entspricht ebenfalls der relativen Standardabweichung des Moduls. Bei einem Modul von 25 GPa ergibt diese eine Standardabweichung von 2.5 GPa.

Zu beachten ist, dass der Fehler für den Geometriefaktor hauptsächlich aus der Unsicherheit bezüglich der Probendicke stammt.

Ankopplung der Probe an die Einspannvorrichtung

Diese Unsicherheit ist schwierig zu bestimmen, weil die Messbedingungen (Wegamplitude, Vorspannung) sich in systematischer Weise auf die Messergebnisse auswirken.

Gehen wir davon aus, dass die Probe unter „guten“ Bedingungen gemessen wird (im Beispiel mit einer Wegamplitude von z.B. 80 µm und einer Vorspannung von $F_{cc} = 6$ N), so dürfte die Unsicherheit (Standardabweichung) des Modulwerts etwa 0.9 GPa betragen (Schätzwert, entspricht der halben Spannweite der Segmentmodulwerte für die Wegamplitude von 80 µm (= blaue Kurve) aus Abbildung 2).

Einspannen der Probe

Dieser Einfluss kann relativ einfach abgeschätzt werden, indem eine Reihe von Messungen durchgeführt werden, bei denen die Probe immer wieder neu eingebaut und jeweils mit der gleichen Messmethode vermessen wird.

Im Fall unserer Leiterplatte haben wir auf Grund von 10 Messungen eine Standardabweichung von 0.4 GPa ermittelt. Dabei wurde die Probe mit Absicht auch nicht mittig in die Einspannvorrichtung eingebaut. Die auf diese Weise ermittelte

Standardabweichung von 0.4 GPa ist deshalb eher zu gross. Die Grösse der Standardabweichung zeigt aber auch, dass das eigentliche Einspannen der Probe in den 3-Punkt-Biegehalter für die Qualität der Messwerte nicht so wichtig ist.

Reproduzierbarkeit der Messungen

Die Reproduzierbarkeit kann als Standardabweichung aus den Modulwerten abgeschätzt werden, die unter isothermen Messbedingungen gemessen wurden. Für unsere Probe haben wir dafür einen Wert von 0.04 GPa gefunden. Dieser kleine Wert belegt die Leistungsfähigkeit der DMA/SDTA861^e bezüglich der Reproduzierbarkeit von DMA-Messungen.

Gesamtunsicherheit

Die verschiedenen Unsicherheitskomponenten für den Modul im Glas (hier etwa 25 GPa) sind für die vermessene Probe in Tabelle 2 zusammengefasst. Die Angaben beziehen sich dabei auf eine bestimmte Probe bei einer bestimmten Temperatur (Leiterplatte bei Raumtemperatur (Modul etwa 25 GPa), Einspannlänge: 50 mm, Breite: 7.51 mm, Dicke: 1.51 mm). Die Tabelle zeigt, dass die Unsicherheit bei der Bestimmung des Moduls bei 3-

Punkt-Biegemessungen vor allem durch die Probengeometrie (insbesondere die Probendicke) bedingt ist. Die Unsicherheit, die sich aus der Leistungsfähigkeit des Geräts ergibt, ist demgegenüber vernachlässigbar. Für die hier vermessene Probe ergibt sich eine Gesamtunsicherheit von etwa 2.7 GPa oder 11 % (Standardabweichung).

Schlussfolgerungen und Empfehlungen

1. Die optimale Wegamplitude liegt typisch zwischen etwa 20 µm (Proben mit glatten, planen Oberflächen, z.B. Metalle) und 100 µm (Proben mit rauen Oberflächen, z.B. Verbundwerkstoffe, wie die hier vorliegende Leiterplatte).
2. Der in der Messmethode spezifizierte Konstantstrom-Offset, F_{cc} , verteilt sich auf die Membran und die Probe. Ist die Probensteifigkeit grösser als etwa 12 N/mm, liegt F_{cc} praktisch vollständig an der Probe an. Bei Proben, deren Steifigkeit in der Größenordnung der Steifigkeit der Membran des Kraftgenerators liegt, ist die Vorkraft, welche tatsächlich bei der Probe ankommt, etwa die Hälfte von F_{cc} . Die andere Hälfte wird zur Deformation

der Membran benötigt. Bei temperaturabhängigen Messungen ist es unter diesen Umständen so, dass sich die Vorkraft auf die Probe während dem Experiment automatisch an die Probensteifigkeit anpasst.

Für den Konstantstrom Offset Modus sollte die Probensteifigkeit der Probe idealerweise zwischen etwa 12 N/mm und einem Fünftel der Probenhaltersteifigkeit (siehe Tabelle 1) liegen.

3. Um den optimalen Konstantstrom-Offset, F_{cc} , zu bestimmen, sollte ein isothermes Vorexperiment (z.B. bei Raumtemperatur) durchgeführt werden. Dabei wird unter konstanten dynamischen Messbedingen F_{cc} variiert. Eine entsprechende Methode ist in Abbildung 3 dargestellt. Je nach Steifigkeit und Oberflächenbeschaffenheit der Probe ist F_{cc} typisch etwa 2 bis 10 mal grösser als die dynamische Kraftamplitude. Um diese unter Umständen relativ grosse statische Vorkraft bereitzustellen zu können, ist für die 3-Punkt-Biegung ein 40 N Kraftgenerator am besten geeignet. Zu beachten ist, dass mit dem 40 N Kraftgenerator statisch maximal etwa 25 N als Konstantstrom-Offset zur Verfügung stehen (die 40 N beziehen sich auf die maximale dynamische Kraftamplitude). Analog können mit dem 12 N und 18 N Kraftgenerator maximale Konstantstrom-Offsets von etwa 8 N und 12 N angelegt werden.
4. Qualitätskriterium für optimale Parameter: möglichst kleine tan δ-Werte, die unabhängig vom Konstantstrom-Offset sind.
5. Trotz unter Umständen deutlich sichtbarer Vordeformation der Probe sind die auftretenden Dehnungen im Promillebereich.
6. Die Genauigkeit, mit der Modulwerte bestimmt werden können, ist vor allem abhängig von der Genauigkeit, mit der die Probengeometrie spezifiziert werden kann. Auch bei geometrisch gut spezifizierten Probenkörpern (Standardabweichungen für Einspannlänge, Breite und Dicke je 0,05 mm) ergeben sich bereits Standardabweichungen für den Modulwert in der Größenordnung von 10 %.

Tabelle 2:
Standardabweichungen für verschiedene Unsicherheitskomponenten bei 3-Punkt-Biegemessungen.

Unsicherheitsquelle	Standardabweichung	Standardabweichung in %
Probengeometrie	2.5 GPa	10.0 %
Ankopplung der Probe (Messmethode)	0.9 GPa	3.6 %
Einspannen der Probe	0.4 GPa	1.6 %
Reproduzierbarkeit (gerätespezifisch)	0.04 GPa	0.2 %

Abbildung 3:
Erstellen einer DMA-Methode zur Abschätzung des optimalen Konstantstrom-Offsets.

