

BRUCHMECHANISCHE KENNWERTERMITTLUNG IM T-PEELTEST UND IM FIXED-ARM PEELTEST

M. Nase ^{1,2}, B. Langer ², C. Müller ¹, W. Grellmann ^{2,3}

¹ Orbita-Film GmbH, Weißandt-Gölzau

² Polymer Service GmbH Merseburg

³ Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg,
Zentrum für Ingenieurwissenschaften, Halle/Saale

Zusammenfassung: Zur bruchmechanischen Charakterisierung des Peelverhaltens von PE-LD/iPB-1-Peelfolien wurde, basierend auf einem Energieansatz, die Kenngröße adhäsive Energiefreisetzungsrate verwendet. Mit Hilfe einer neu entwickelten Vorgehensweise wurde die adhäsive Energiefreisetzungsrate als Ergebnis eines einzigen Versuches, sowohl im T-Peeltest als auch im Fixed-Arm Peeltest, ermittelt. Die adhäsive Energiefreisetzungsrate G_{alc} ermöglichte eine Bewertung des Peelverhaltens in Abhängigkeit des iPB-1-Gehaltes. Darüber hinaus wurden durch Anwendung dieser energiebestimmten Kenngröße die interlamina- und translamina- ren Rissausbreitungsmöglichkeiten des Peelvorgangs charakterisiert.

Stichwörter: T-Peeltest, Fixed-Arm Peeltest, adhäsive Energiefreisetzungsrate

FACTURE MECHANICS ANALYSIS USING T-PEEL TEST AND FIXED ARM PEEL TEST

Abstract: The fracture mechanics adhesive energy release rate was calculated using an energy balance approach to characterize the peel behavior of selected PE-LD/iPB-1 peel films. In the present study, a new procedure was developed to calculate the adhesive energy release rate as a result of only one test, the T-peel test or the fixed arm peel test. The adhesive energy release rate allows the evaluation of the peel behaviour in dependence on the iPB-1 content, considering only that energy which is used to separate the previously adhered films. Furthermore, the interlaminar and translaminar crack propagation were characterized using this energy-determined fracture mechanics value.

Keywords: T-peel test, fixed arm peel test, adhesive energy release rate

Einleitung und Zielstellung

Die Bewertung des Zähigkeitsverhaltens von Kunststoffen mit Hilfe bruchmechanischer Kenngrößen ist eine weit verbreitete Vorgehensweise in der Kunststoffprüfung- und -diagnostik [1,2]. Die Grundidee der Bruchmechanik, dass das Versagen eines Prüfkörpers oder Bauteils eine Folge der Ausbreitung von Rissen ist, wird auch bei der bruchmechanischen Bewertung von Ablöse- bzw. Peelvorgängen genutzt [3]. Hierbei breitet sich der Riss üblicherweise entlang der Grenzfläche der beiden, durch chemische oder physikalische Wechselwirkungen, in Kontakt stehenden Materialien aus. Derartige Peelsysteme finden beispielsweise in Form von Verpackungsfolien in der Lebensmittelindustrie und im medizinischen Bereich immer mehr Anwendung [4,5]. Charakteristisch für diese Folien ist, dass sie nach erfolgter Verschweißung mit definiert geringen Kräften „von Hand“ geöffnet werden können.

Eine bruchmechanische Bewertung von Peelsystemen erfolgt im Allgemeinen mit Hilfe von Peeltests [6,7]. Hierbei wird beispielsweise beim Peelen einer Folie von einem Substrat, unter Annahme linear-elastischen Materialverhaltens, die Energiefreisetzungsrates in Anlehnung an die Vorschläge von *Rivlin* [8] nach Gl. 1 berechnet,

$$G_{lc} = \frac{F_{peel}}{W} (1 - \cos \theta), \quad (1)$$

mit F_{peel} – Peelkraft; W – Breite des Peelprüfkörpers und θ – Peelwinkel. Aus der Bestimmungsgleichung für G_{lc} nach *Rivlin* [8] wird jedoch klar, dass diese spezielle Energiefreisetzungsrates nur von der Peelkraft und vom Peelwinkel abhängt, und somit auftretende Deformationsanteile während des Peelvorgangs nicht berücksichtigt werden. Daher wird in vielen Studien zur bruchmechanischen Charakterisierung von Peelvorgängen ein Energieansatz angewendet, mit dessen Hilfe die direkte Adhäsionsenergie U_a , die ausschließlich zum Trennen der versiegelten Folien oder Substrate nötig ist, ermittelt werden kann [6,7,9]. Diese direkte Adhäsionsenergie U_a wird wiederum verwendet, um die adhäsive Energiefreisetzungsrates G_{alc} zu berechnen, die auch für elastisch-plastisches Materialverhalten anwendbar ist und eine geometrieunabhängige bruchmechanische Kenngröße darstellt [6]. Die adhäsive Energiefreisetzungsrates G_{alc} wird nach Gl. 2 berechnet,

$$G_{alc} = \frac{dU_a}{W \cdot da} = \frac{dU_{ext} - dU_S - dU_{dt} - dU_{db}}{W \cdot da}, \quad (2)$$

mit da – infinitesimale Risslänge; dU_{ext} – von außen aufgebrauchte (externe) Arbeit; dU_S – gespeicherte elastische Energie im Peelarm; dU_{dt} – dissipierte Energie während der Zugbeanspruchung des Peelarms und dU_{db} – dissipierte Energie während des Biegevorgangs des Peelarms (zum Erreichen des entsprechenden Peelwinkels). Die zu berücksichtigenden Energieanteile wie die gespeicherte elastische Energie im Peelarm dU_S und die dissipierte Energie während der Zugbeanspruchung des Peelarms dU_{dt} werden mit Hilfe separater Zugversuche ermittelt.

In der Praxis wird als Peelsystem häufig ein Blend aus Polyethylen niedriger Dichte (PE-LD) mit geringen Anteilen an Polybuten-1 (PB-1) verwendet [3–5]. Dabei werden die Peeleigenschaften maßgeblich durch die Rezeptur, das heißt durch das Zusammenspiel von PE-LD und PB-1 bestimmt [10]. Für den Anwendungsfall werden die Peelfolien versiegelt bzw. verschweißt, d.h. es wird ein Bereich definierter Fläche zwischen den beiden Folien unter Druck aufgeschmolzen und wieder abgekühlt, der als Siegelnaht bezeichnet wird. Allerdings ist es für das PE-LD/PB-1-Peelsystem nicht möglich die zu berücksichtigenden Energieanteile in separaten Versuchen zu ermitteln. Beispielsweise können die gespeicherte elastische Energie der gepeelten Siegelnaht $dU_{S,S}$ und die dissipierte Energie während der Zugbeanspruchung der gepeelten Siegelnaht $dU_{dt,S}$ nicht mit Hilfe eines separaten Zugversuchs ermittelt werden, da die gepeelte Siegelnaht bereits plastische Vorschädigungen aufweist und die geschlossene Siegelnaht im Zugversuch keine relevanten Informationen liefert.

Daher ist das Ziel dieses Beitrages die Entwicklung eines neuen Weges zur Berechnung bruchmechanischer Kennwerte aus dem Peeltest ohne Verwendung separater Zugversuche.

Experimentelles

Werkstoffe

Die Charakterisierung des Peelverhaltens wurde an Peelfolien aus PE-LD mit 3, 6, 10, 15 und 20 M.-% isotaktischem Polybuten-1 (iPB-1) durchgeführt. Die Peelfolien haben eine einheitliche Dicke von 50 μm und wurden bei einer Temperatur von 140 $^{\circ}\text{C}$ für 2 s versiegelt.

T-Peeltest

Zur Untersuchung des Peelverhaltens der PE-LD/iPB-1-Peelfolien wurde der in Bild 1a dargestellte T-Peeltest in Anlehnung an ASTM D 1876 „Standard Test Method for Peel Resistance of Adhesives“ [11] durchgeführt. Dabei betrug die Einspannlänge $l_0 = 50 \text{ mm}$ und die Peelgeschwindigkeit $v_T = 100 \text{ mm/min}$. Ein mit Hilfe des T-Peeltests aufgezeichnetes Kraft-Weg-Diagramm (Peelkurve) ist in Bild 1b dargestellt. Das sich ausbildende charakteristische Plateau der Peelkurve zwischen 20 % und 80 % des Bruchweges wird zur Bestimmung der Peelkraft F_{peel} herangezogen.

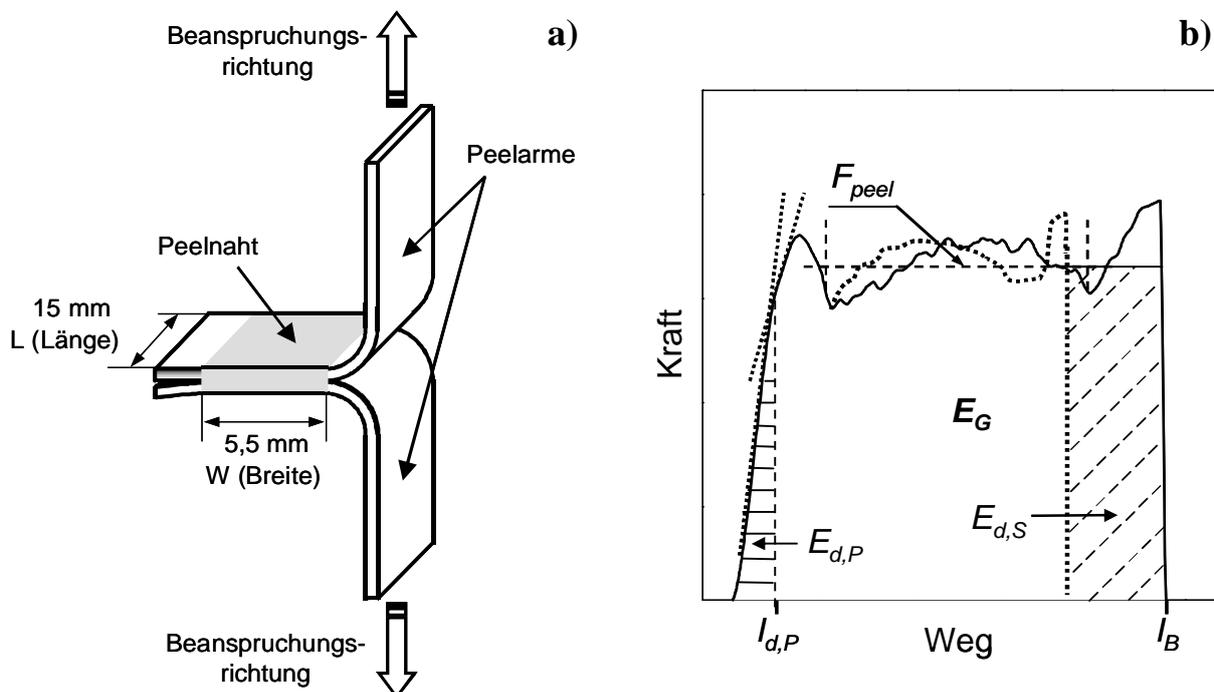


Bild 1: Schematische Darstellung des T-Peeltests (a) und Kraft-Weg-Diagramm (Peelkurve) aus dem T-Peeltest (b) mit $l_{d,P}$ – Beginn des Peelvorgangs; l_B – Bruchweg; E_G – Gesamtpeelenergie; $E_{d,P}$ – Deformationsenergie der Peelarme; durchgehende Linie – reale Peelkurve, gepunktete Linie – Peelkurve ohne Deformation der Siegelnaht

Fig. 1: Schematic of the T-peel test (a) and force-elongation diagram (peel curve) obtained by T-peel test (b) with $l_{d,P}$ – begin of the peel process; l_B – elongation at break; E_G – total peel energy; $E_{d,P}$ – deformation energy of the peel arms; continuous line – real peel curve, dotted line – peel curve without deformation of the seal area

Zur bruchmechanischen Charakterisierung des Peelvorgangs wurde in Anlehnung an [6,7] die adhäsive Energiefreisetzungsrate G_{alc} unter Einbeziehung der Gesamtpeelenergie E_G (vgl. Bild 1b) sowie der Deformationsenergie der Peelarme $E_{d,P}$ (vgl. Bild 1b) und der Deformationsenergie der Peelnäht $E_{d,S}$ (Gl. 3) gemäß Gl. 4 berechnet.

$$E_{d,S} \approx (I_B - I_{d,P} - 2W)F_{peel} \quad (3)$$

$$G_{alc} = \frac{E_G - E_{d,P} - E_{d,S}}{WL} \quad (4)$$

Fixed-Arm Peeltest

Zur Untersuchung des Peelverhaltens der PE-LD/iPB-1-Peelfolien unter definierten Peelwinkeln zwischen 70° und 180° wurde der in Bild 2 dargestellte Fixed-Arm Peeltest in Anlehnung an den ESIS TC4 Normvorschlag „Peel Testing of Flexible Laminates“ [6] durchgeführt. Hierbei wurde ein Peelarm des Prüfkörpers auf eine schmale Messingplatte aufgeklebt, wobei die Klebkraft um ein Vielfaches größer sein musste als die zu erwartende Peelkraft. Nach erfolgter Prüfkörperpräparation wurde die Messingplatte im Fixed-Arm Peeltester montiert und der verbleibende freie Peelarm in der Klemmvorrichtung eingespannt. Die Einspannlänge betrug $l_0 = 25$ mm und die Peelgeschwindigkeit $v_T = 100$ mm/min.

Die Bestimmung der Peelkraft F_{peel} im Fixed-Arm Peeltest erfolgte analog zur Bestimmung der Peelkraft im T-Peeltest. Die bruchmechanische Charakterisierung des Peelvorgangs unter definierten Peelwinkeln erfolgte ebenfalls unter Verwendung der gemäß Gl. 4 berechneten adhäsiven Energiefreisetzungsrates G_{alc} , wobei die Deformationsenergie des Peelarms $E_{d,P}$ im Peeltest ermittelt wurde (vgl. Bild 1b) und die Deformationsenergie der Peelnaht $E_{d,S}$ unter Einbeziehung des verwendeten Peelwinkels θ nach Gl. 5 berechnet wurde.

$$E_{d,S} \approx (I_B - I_{d,P} - W + W \cos \theta)F_{peel} \quad (5)$$

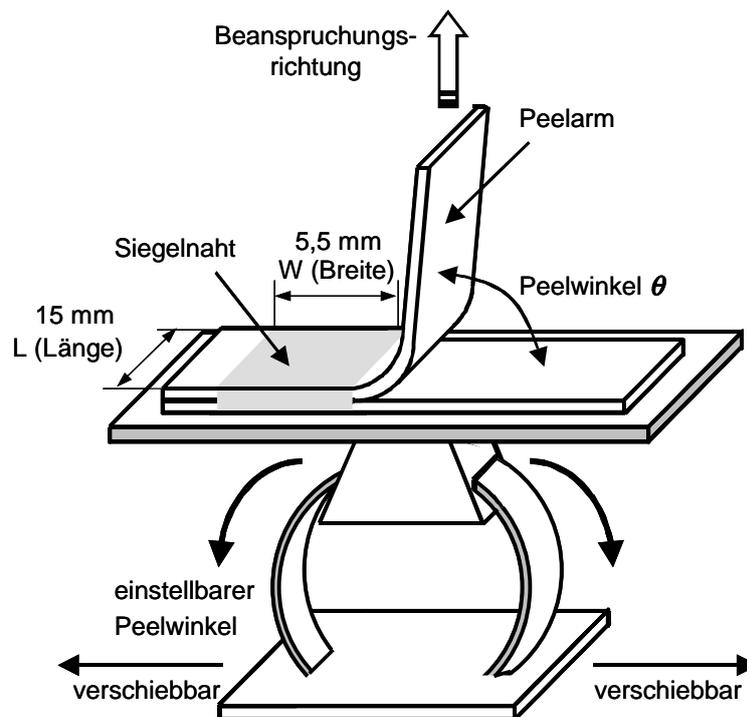


Bild 2: Schematische Darstellung des Fixed-Arm Peeltests
 Fig. 2: Schematic of the fixed arm peel test

Ergebnisse zur bruchmechanischen Charakterisierung des PE-LD/iPB-1-Peel-systems

Die Rezeptur hat oft einen entscheidenden Einfluss auf die Blendeigenschaften. Als Ergebnis des T-Peeltests ist in Bild 3a die Peelkraft F_{peel} in Abhängigkeit des iPB-1-Gehaltes dargestellt. Die Peelkraft vermindert sich exponentiell mit zunehmendem iPB-1-Gehalt. Einen zur Peelkraft gleichsinnigen Verlauf zeigt die in Bild 3b dargestellte adhäsive Energiefreisetzungsrate G_{alc} als eine Funktion des iPB-1-Gehaltes. Da G_{alc} ausschließlich den Energieanteil widerspiegelt, der für die Trennung des versiegelten Bereiches der PE-LD/iPB-1-Peel-folien nötig ist, ausgenommen der Deformationsenergie der Peelarme und der Peelnah, kann festgestellt werden, dass der iPB-1-Gehalt die Haftung der versiegelten Bereiche direkt beeinflusst.

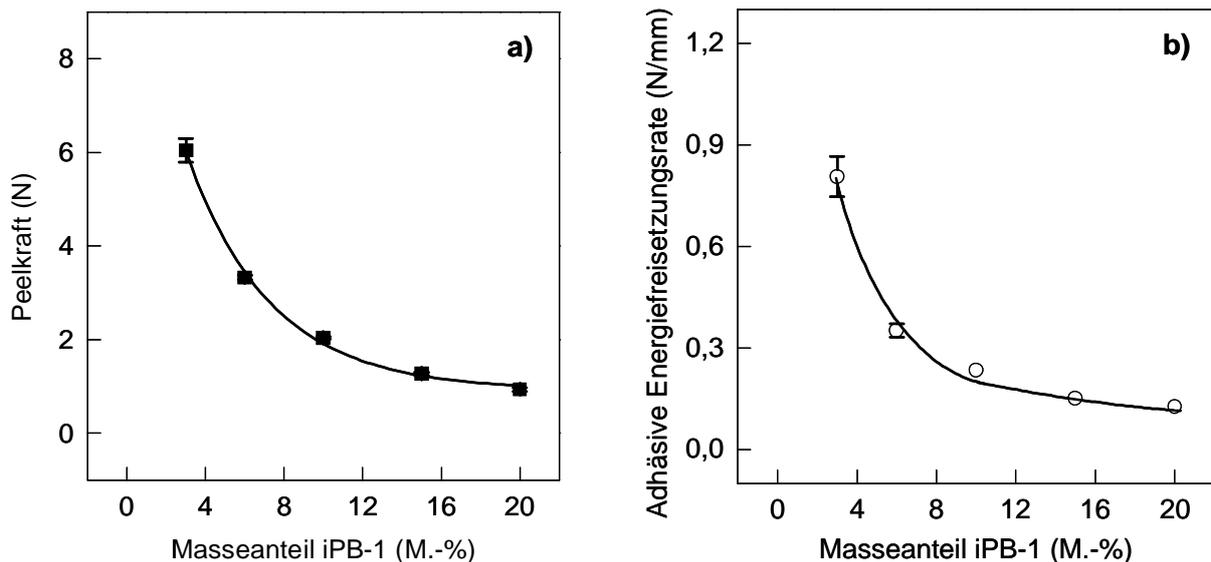


Bild 3: Einfluss des Masseanteils an iPB-1 auf die Peelkraft (a) und die adhäsive Energiefreisetzungsrate (b)

Fig. 3: Influence of the iPB-1 content on the peel force (a) and on the adhesive energy release rate (b)

Die gefundenen Abhängigkeiten können zur definierten Einstellung der Peelkraft bzw. der adhäsiven Energiefreisetzungsrate verwendet werden [12].

Da bei der Öffnung von Peelfoliensystemen anwendungsbedingt unterschiedliche Peelwinkel auftreten ist eine Untersuchung der Abhängigkeit der Peeleigenschaften vom Peelwinkel mit Hilfe des Fixed-Arm Peeltests notwendig.

In Bild 4a ist die aus den Peelkurven ermittelte Peelkraft in Abhängigkeit des Peelwinkels für Peelfolien mit unterschiedlichem iPB-1-Gehalt dargestellt. Die Peelkraft zeigt eine deutliche Abhängigkeit vom Peelwinkel. Sie weist im Bereich von 120° bis 130° ein Minimum auf und nimmt ausgehend von 130° mit größeren und kleineren Peelwinkeln stetig zu. Zur Berücksichtigung des ausgeprägten Deformationsverhaltens insbesondere bei großen Peelwinkeln wurde die Kenngröße adhäsive Energiefreisetzungsrate G_{alc} zur bruchmechanischen Charakterisierung des Peelvorgangs bei definierten Peelwinkeln herangezogen. Die adhäsive Energiefreisetzungsrate ist in Bild 4b in Abhängigkeit vom Peelwinkel für PE-LD mit einem iPB-1-Gehalt von 6, 10, 15 M.-% dargestellt. Die Wertepaare wurden durch eine bilineare Funktion ange-

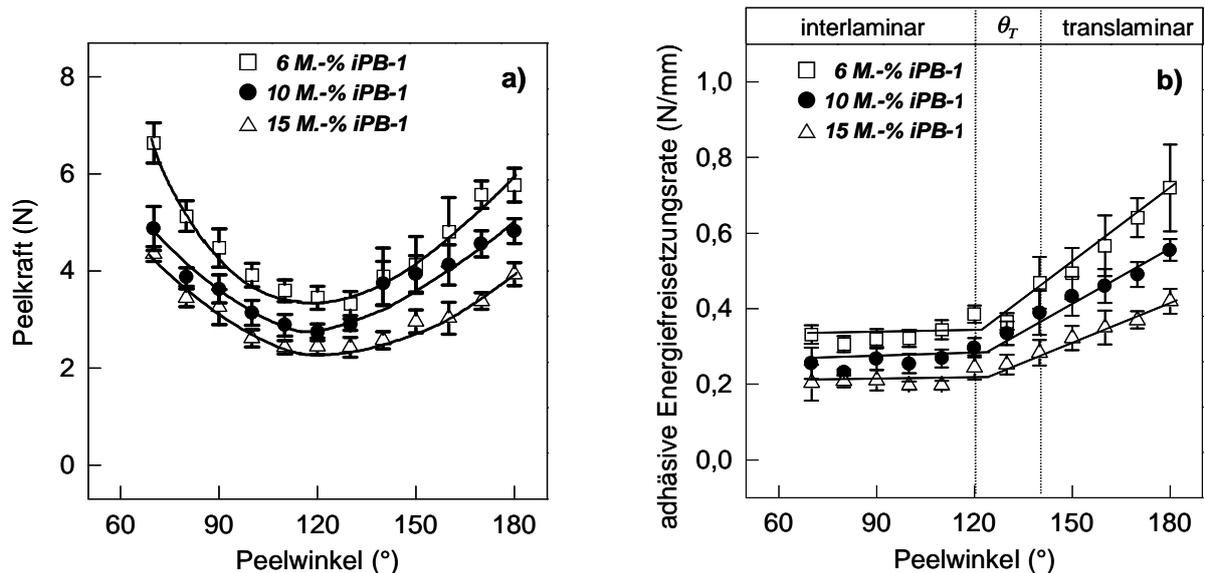


Bild 4: Einfluss des Peelwinkels auf die Peelkraft (a) und die adhäsive Energiefreisetzungsrate (b)
 Fig. 4: Influence of the peel angle on the peel force (a) and on the adhesive energy release rate (b)

nähert. Somit weist die dargestellte Abhängigkeit zwei charakteristische Bereiche auf, die durch einen Übergangsbereich θ_T von 120° bis 140° Peelwinkel verbunden werden. Im Bereich von 70° bis 120° Peelwinkel weist der Verlauf der adhäsiven Energiefreisetzungsrate in Übereinstimmung mit der Literatur [6] keine Unterschiede auf. G_{alc} ist in diesem Bereich unabhängig vom Peelwinkel und kann unter der Voraussetzung, dass die Dicke keinen Einfluss auf das Peelverhalten hat [6,7], als geometrieunabhängiger Werkstoffkennwert angesehen werden. Im Bereich von 140° bis 180° Peelwinkel wird G_{alc} deutlich erhöht, obwohl der Einfluss des Peelwinkels berücksichtigt wurde. Jedoch ändert sich in diesem zweiten Bereich das Peelverhalten drastisch. Im Bereich von 70° bis 120° Peelwinkel breitet sich der Riss entlang der Peelnahse aus, d.h. der Peelvorgang ist überwiegend interlaminar [13]. Für Peelwinkel größer als 140° breitet sich der Riss über den Querschnitt der Peelfolien aus und führt zum vorzeitigen Abreißen des Peelarms bzw. zum unkontrollierten Ausbreiten des Risses. Somit liegt ein translaminarer Verlauf des Risses vor [13], der durch die Zunahme von G_{alc} nachgewiesen werden konnte.

Literatur

- [1] Grellmann, W., Seidler, S. (Hrsg.): *Kunststoffprüfung*. Carl Hanser Verlag (2005).
- [2] Langer, B., Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg (1998).
- [3] Grellmann, W., Langer, B., Nase, M., Baumann, H.J., Tagung Werkstoffprüfung „Fortschritte der Kennwertermittlung für Forschung und Praxis“, Bad Neuenahr (2006), Tagungsband S. 439–444.
- [4] Hwo, C.C., *Journal of Plastic Film and Sheeting*, 3 (1987), 245–260.
- [5] Stober, P., Rist, H., *Kunststoffe*, 6 (2004), 66–69.
- [6] Kinloch, A.J., Lau, C.C., Williams, J.G., *International Journal of Fracture*, 66 (1994), 45–70.
- [7] Williams, J.A., Kauzlarich, J.J., *Tribology International*, 38 (2005), 951–958.
- [8] Rivlin, R.S., *Journal of Paint Technology*, 9 (1944), 215–216.
- [9] Moore, D.R. (Ed.): *The Application of Fracture Mechanics to Polymers*, Elsevier (2004).
- [10] Nase, M., Langer, B., Baumann, H.J., Grellmann, W., Geißler, G., Kaliske, M., *Journal of Applied Polymer Science* (2008), accepted.
- [11] ASTM D 1876: *Standard Test Method for Peel Resistance of Adhesives (T-Peel Test)*, 2001.
- [12] Nase, M., Langer, B., Baumann, H.J., Grellmann, W., *Polymer Testing* (2008), accepted.
- [13] Nase, M., Zankel, A., Langer, B., Baumann, H.J., Grellmann, W., Poelt, P., *Polymer* (2008), submitted.