



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN

DIPLOMARBEIT

Apparatur zur Bestimmung mechanischer Eigenschaften mittels eines kleinen Stanzgerätes (Small Punch)

Ausgeführt am Institut für

Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie - E308

Arbeitsgruppe Nichtmetallische Werkstoffe

der Technischen Universität Wien

unter der Anleitung von

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Vasiliki-Maria Archodoulaki

und tatkräftiger Unterstützung von

Senior Scientist Dipl.-Ing. Dr.techn. Thomas Koch

und

Univ.Ass. Dipl.-Ing. Dr.techn. Bernadette Duscher

durch

Azad Mudaffer

Matrikelnummer: 1125881

Schmiedestraße 1A /2/4

3340 Waidhofen an der Ybbs

Wien am

.....

Danksagung

Ich möchte diese Zeilen nutzen, um mich bei allen Personen zu bedanken, die es mir ermöglicht haben, mein Studium, sowie meine Diplomarbeit durchzuführen.

Mein besonderer Dank gilt:

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Vasiliki-Maria Archodoulaki

Für das Angebot dieser Diplomarbeit, und Ihre Unterstützung und Geduld, während dieser Arbeit, sowie vielen vorangegangenen Vorlesungen und Laborübungen.

Senior Scientist Dipl.-Ing. Dr.techn. Thomas Koch

Für die laufende Unterstützung während der gesamten Versuchsdurchführung und Bewertung der Ergebnisse sowie seiner unerlässlichen Hilfestellung bei technisch, fachlichen, organisatorischen und persönlichen Fragen.

Roman Stoiber & Helmut Oswald

Für Rat und Tat in allen Belangen der Probenfertigung und praktischen Durchführung der Versuche.

Projektass. Aysenur Örs Ünsal, MSc

Für Ihre tatkräftige Unterstützung bei der Probenvorbereitung und Wärmebehandlung sowie bei der Literaturrecherche.

Meine Familie und Freunde

Für die bedingungslose Unterstützung im Studium und das Leben abseits der Universität.

Azad Mudaffer

Kurzfassung:

In der Prothetik gehört UHMWPE (Ultra-high-molecular-weight polyethylene) heute zu den meistverwendeten Kunststoffen.

Speziell als Gleitelement in künstlichen Hüft- und Kniegelenken, erfüllt dieses Material höchste tribologische und festigkeitstechnische Anforderungen. Gleichzeitig zeichnet sich der Werkstoff durch seine hohe Dauerfestigkeit und chemischen Beständigkeit aus.

Aufgrund der kleinen Abmaße und der Form der UHMWPE - Gleitelemente in Gelenkprothesen, die Probengeometrie einschränken, stellt es sich als schwierig heraus einen geeigneten Festigkeitsversuch zur Bewertung des Materials nach dem Einsatz im menschlichen Körper zu finden.

Es wird ein Versuch benötigt, welcher mit möglichst kleinen Probengeometrien aussagekräftige Ergebnisse zur Festigkeit des Materials wiedergibt. Eine dafür geeignete Methode ist der sogenannte Small Punch-Versuch. Mit einer zylinderförmigen Probengeometrie (Durchmesser 6,4mm, Dicke 0,5mm) lässt sich durch einen Umlaufbiegeversuch ein Kraftverlauf über den Weg auftragen und eine reproduzierbare und einfache Festigkeitsbewertung realisieren.

Es soll im Zuge dieser Masterarbeit die dazu notwendige Vorrichtung konstruiert, gefertigt und getestet werden um zu gewährleisten, dass reproduzierbare und vergleichbare Werte zur Festigkeitsanalyse von verschiedenen UHMWPE Sorten erzielt werden können.

I. Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theorie und Begriffserklärung	2
2.1	Endoprothetik	2
2.2	Das Hüftgelenk, Articulatio coxae	2
2.3	Das künstliche Hüftgelenk.....	3
2.4	Das Kniegelenk, lat. Articulatio genus.....	5
2.5	Das künstliche Kniegelenk	5
2.6	Werkstoffpaarung in der Hüft- und Knieendoprothetik	7
3	Ultrahochmolekulares Polyethylen, der Werkstoff.....	9
3.1	Polyethylen	9
3.1.1	Alkene	10
3.1.2	Polymerisation von Ethylen	10
3.1.3	Einfluss der Gestalt der Molekülketten auf physikalische Eigenschaften	12
3.2	UHMWPE, Eigenschaften und Struktur.....	13
3.3	Technische Eigenschaften und Einsatzgebiete	13
3.4	Kommerzielle Herstellung von UHMWPE.....	15
3.5	GUR 1020 PE-UHMW + Vitamin E.....	17
3.6	PE 100.....	17
4	Der Versuch: Small-Punch.....	18
4.1	Probe	18
4.1.1	Probengeometrie.....	19
4.1.2	Probenmaterial	19
4.2	Probenherstellung	20
4.2.1	Probenvorbereitung	20
4.3	Versuchsaufbau	22
4.3.1	Der Stempel, „Punch“	24
4.3.2	Die Führung, „Guide“	25
4.3.3	Die Matrize, „Die“	26

4.3.4	Zusammenbau	28
4.4	Prozessparameter, Small Punch.....	33
4.5	Ergebnisauswertung.....	33
4.6	Mögliche Fehlerquellen im Versuch	35
5	Versuchsergebnisse	36
5.1	Erste Versuche.....	36
5.1.1	GUR 1020, Versuchsreihe 1, gescheitert	36
5.1.2	GUR 1050, Versuchsreihe 1, gescheitert	39
5.2	Small Punch mit PE 100, erfolgreich	40
5.3	Small Punch mit GUR 1020 + Vitamin E, erfolgreich.....	43
5.4	Small Punch mit GUR 1020, gealtert, erfolgreich.....	45
5.5	Small Punch mit GUR 1050, Versuchsreihe 2, erfolgreich.....	48
5.6	Small Punch mit GUR 1020, Versuchsreihe 2, gescheitert.....	50
5.7	Zugversuch	51
5.7.1	Zugversuch mit PE 100	53
5.7.2	Zugversuch mit GUR 1020	56
5.8	Zusammenfassung der Versuchsergebnisse	59
5.9	Vergleich von Small Punch und Zugversuch	62
5.9.1	Umrechnung der Small-Punch-Ergebnisse auf den E-Modul (19)	64
5.9.2	Umrechnung durch Annahme eines linearen Zusammenhangs zwischen der Maximalkraft aus dem Small Punch-Versuch und der Streckgrenze (20)	66
5.9.3	Umrechnung durch Annahme eines linearen Zusammenhangs zwischen der Anfangsneigung des Verlaufes aus dem Small Punch-Versuch und des E-Moduls (20)	67
5.9.4	Vergleich der Elastizitätsmodule	70
6	Conclusio.....	71
7	Literaturverzeichnis.....	75
8	Anhang	78
8.1	Konstruktionszeichnungen	78
8.2	Datenblatt PE 100	81

8.3	Datenblatt GUR 4120	83
8.4	Datenblatt GUR 1020	84
8.5	Datenblatt GUR 1050	85
8.6	Versuchsergebnisse Small Punch	86
8.6.1	GUR 1050, Versuchsreihe 1, gescheitert	86
8.6.2	GUR 1020, Versuchsreihe 1, gescheitert	86
8.6.3	GUR 1020 + Vitamin E.....	87
8.6.4	PE 100, erfolgreich.....	87
8.6.5	GUR 1020 gealtert, erfolgreich	88
8.6.6	GUR 1050, Versuchsreihe 2, erfolgreich	88
8.7	Versuchsergebnisse, Zugversuch.....	89
8.7.1	PE 100, Dehnrate: 0,5mm/min	89
8.7.2	PE 100, Dehnrate: 0,5mm/min, Versuchsabbruch bei 100% Dehnung	90
8.7.3	PE 100, Dehnrate: 10mm/min	91
8.7.4	PE 100, Dehnrate: 10mm/min, Versuchsabbruch bei 100% Dehnung	92
8.7.5	GUR 1020, Dehnrate: 0,5mm/min	93
8.7.6	GUR 1020, Dehnrate: 10mm/min	95

II. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Das Hüftgelenk (5).....	3
Abbildung 2: Hüftendoprothese mit Einzelkomponenten (5).....	4
Abbildung 3: Röntgenaufnahme einer Hüftprothese (5).....	
Abbildung 4: Das Kniegelenk (6)	5
Abbildung 5: Knieendoprothese mit Einzelkomponenten (6).....	6
Abbildung 6: Vorbereitung des Oberschenkel- und Unterschenkelknochens vor der Implantation (6).....	7
Abbildung 7: Summenformel von Ethylen (8).....	9
Abbildung 8: Vergleich aliphatischer und aromatischer Kohlenwasserstoffe (7)	10
Abbildung 9: Polymerisation von Ethylen (7)	11
Abbildung 10: Schematische Darstellung der kristallinen und amorphen Bereiche (7)	11
Abbildung 11: schematische Darstellung des Presssinterns (links) und der Ramextrusion (rechts) (13).....	16
Abbildung 12: typischer Fertigungsschritte bei der Erstellung von Endoprothesen aus UHMWPE (1)	16
Abbildung 13: Hüftgelenkspfanneneinsatz aus UHMWPE (14)	18
Abbildung 14: GUR 1050 Probe.....	19
Abbildung 15: links: PE 100 Granulat, rechts: Halbzeug GUR 1020 + Vitamin E.....	20
Abbildung 16: GUR 1020-Block vor dem Pressvorgang.....	21
Abbildung 17: Probenplatte GUR 1020	22
Abbildung 18: Stanzwerkzeug für UHMWPE-Proben	22
Abbildung 19: Zwick Roell Z050 (15).....	23
Abbildung 20: Small Punch Darstellung, UHMWPE-Handbook (1)	24
Abbildung 21: 3D-Modell des Stempels, Punch.....	25
Abbildung 22: 3D-Modell der Führung, Guide	26
Abbildung 23: 3D-Modell der Matrize, Die.....	27
Abbildung 24: 3D-Modell der Zusammenstellung	28
Abbildung 25: Führung, links: Aufnahme der Probe-Innenseite; rechts: Verschraubungsseite-Außenseite	29
Abbildung 26: Matrize mit Passstiften	29
Abbildung 27: Stempel.....	30
Abbildung 28: Zusammenbau der Vorrichtung	30
Abbildung 29: Gesamtansicht Vorrichtung in Prüfmaschine	31
Abbildung 30: Kraftmessdose.....	32

Abbildung 31: Nahaufnahme der Kugel zwischen Vorrichtung und Prüfmaschine	32
Abbildung 32: Versuchsdiagramm Small Punch mit Verläufen verschiedener Polythylentypen (1)	34
Abbildung 33: Durchgerutschte Probe, Fehlversuch Small Punch	37
Abbildung 34: Small Punch mit PE 100, Probe Nr.1	41
Abbildung 35: Small Punch mit PE 100, alle Proben	42
Abbildung 36 Small Punch mit GUR 1020 + Vitamin E, alle Proben	44
Abbildung 37: Small Punch, geprüfte Proben aus gealtertem GUR 1020	47
Abbildung 38: Small Punch, geprüfte Proben aus GUR 1050, Versuchsreihe 2	49
Abbildung 39: Small Punch, geprüfte Proben aus GUR 1020, Versuchsreihe 2	51
Abbildung 40: PE 100 Probe mit einer Dicke von 1mm für den Zugversuch	52
Abbildung 41: Eingespannte Zugprobe, PE 100	53
Abbildung 42: Bildliche Darstellung zur Ermittlung der Anfangsneigung $Slope_{int}/t$ aus dem Small Punch-Verlauf (20)	68
Abbildung 43: Konstruktionszeichnung Die	78
Abbildung 44: Konstruktionszeichnung Guide	79

III. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Gleitpaarungen von Hüftendoprothesen mit der jeweiligen Abriebsratge in $\mu\text{m}/\text{Jahr}$ (3)	8
Tabelle 2: Mechanische Eigenschaften von UHMWPE, HDPE und LDPE (1) (9) (1)	14
Tabelle 3: Mechanische Eigenschaften PE 100	17
Tabelle 4: Prozessparameter der thermischen Presse	21
Tabelle 5: Vergleich der Maximalkräfte aller Small Punch-Versuche (ungültige Ergebnisse in grau)	59
Tabelle 6: Arithmetische Mittel & Standardabweichungen der Maximalkraftverteilung beim Small Punch	59
Tabelle 7: Vergleich der Streckgrenzen aller Zugversuche	61
Tabelle 8: Arithmetische Mittel & Standardabweichungen der Streckgrenzenverteilung der Zugversuche	61
Tabelle 9: E-Modul aus dem Zugversuch mit GUR 1020 und PE 100	62
Tabelle 10: Errechneter E-Modul aus den Small Punch-Versuchsergebnissen	64
Tabelle 11: Errechnete Streckgrenze aus Small Punch Ergebnissen nach Gleichung (2)	67
Tabelle 12: Errechneter Faktor $Slope_{int}/t$ aus Small Punch Ergebnissen	68
Tabelle 13: Umrechnung der SMall Punch-Ergebnisse auf den E-Modul nach Gleichung (3)	69
Tabelle 14: Vergleich der Elastizitätsmodule	70

IV. Diagrammverzeichnis

Diagramm 1: Small Punch, PE 100 Nr.1	33
Diagramm 2: Small Punch GUR 1020 Nr.1, Versuchsreihe 1	37
Diagramm 3: Small Punch-Versuch mit GUR 1020, Versuchsreihe 1, Maximalkräfte	38
Diagramm 4: Small Punch, GUR 1050 Nr.1, Versuchsreihe 1	39
Diagramm 5: Small Punch-Versuch mit GUR 1050, Versuchsreihe 1, Maximalkräfte	40
Diagramm 6: Small Punch, PE 100 Nr.2	41
Diagramm 7: Small Punch-Versuch mit PE 100, Maximalkräfte	43
Diagramm 8: Small Punch, GUR 1020 + Vitamin E Nr.1	44
Diagramm 9: Small Punch-Versuch mit GUR 1020 + Vitamin E, Maximalkräfte	45
Diagramm 10: Small Punch, GUR 1020 gealtert Nr.1	46
Diagramm 11: Small Punch-Versuch mit GUR 1020 gealtert, Maximalkräfte	47
Diagramm 12: Small Punch, GUR 1050 Nr.2, Versuchsreihe 2	48
Diagramm 13: Small Punch-Versuch mit GUR 1050, Versuchsreihe 2, Maximalkräfte	49
Diagramm 14: Small Punch, GUR 1020 Nr.8, Versuchsreihe 2	50
Diagramm 15: Zugversuch, PE 100 Nr.2, $v=0,5\text{mm/min}$, bis 100% Dehnung	53
Diagramm 16: Zugversuch, PE 100 Nr.1, $v=0,5\text{mm/min}$	54
Diagramm 17: Zugversuch, PE 100 Nr.5, $v=10\text{mm/min}$	55
Diagramm 18: Zugversuch mit PE 100, Streckgrenzen	55
Diagramm 19: Zugversuch, GUR 1020 Nr.1, $v=0,5\text{mm/min}$	56
Diagramm 20: Zugversuch, GUR 1020 Nr.5, $v=10\text{mm/min}$	57
Diagramm 21: Zugversuch mit GUR 1020, Streckgrenzen	58
Diagramm 22: Small Punch, Vergleich aller Versuchsreihen	60
Diagramm 23: Zugversuch GUR 1020, E-Modul je Probe	63
Diagramm 24: Zugversuch GUR 1020, E-Modul je Probe	63
Diagramm 25: Vergleich der Small Punch Versuchsergebnisse mit dem Zugversuch anhand des E-Moduls nach Gleichung (1)	65
Diagramm 26: Vergleich Small Punch (Maximalwert) und Zugversuch (Streckgrenze)	66
Diagramm 27: Vergleich Small Punch ($Slope_{int}/t$) und Zugversuch (E-Modul)	69
Diagramm 28: Small Punch, GUR 1050 Versuchsreihe 1	86
Diagramm 29: Small Punch, GUR 1020, Versuchsreihe 1	86
Diagramm 30: Small Punch, GUR 1020 + Vitamin E	87
Diagramm 31: Small Punch, PE 100	87
Diagramm 32: Small Punch, GUR 1020 gealtert	88
Diagramm 33: Small Punch, GUR 1050, Versuchsreihe 2	88

Diagramm 34: Zugversuch, PE 100 Nr.1, $v=0,5\text{mm/min}$	89
Diagramm 35: Zugversuch, PE 100 Nr.2, $v=0,5\text{mm/min}$	89
Diagramm 36: Zugversuch, PE 100 Nr.3, $v=0,5\text{mm/min}$, bis 100% Dehnung	90
Diagramm 37: Zugversuch, PE 100 Nr.4, $v=0,5\text{mm/min}$, bis 100% Dehnung	90
Diagramm 38: Zugversuch, PE 100 Nr.5, $v=10\text{mm/min}$	91
Diagramm 39: Zugversuch, PE 100 Nr.6, $v=10\text{mm/min}$	91
Diagramm 40: Zugversuch, PE 100 Nr.7, $v=10\text{mm/min}$, bis 100% Dehnung	92
Diagramm 41: Zugversuch, PE 100 Nr.8, $v=10\text{mm/min}$, bis 100% Dehnung	92
Diagramm 42: Zugversuch, GUR 1020 Nr.1, $v=0,5\text{mm/min}$	93
Diagramm 43: Zugversuch, GUR 1020 Nr.2, $v=0,5\text{mm/min}$	93
Diagramm 44: Zugversuch, GUR 1020 Nr.3, $v=0,5\text{mm/min}$	94
Diagramm 45: Zugversuch, GUR 1020 Nr.4, $v=0,5\text{mm/min}$	94
Diagramm 46: Zugversuch, GUR 1020 Nr.5, $v=10\text{mm/min}$	95
Diagramm 47: Zugversuch, GUR 1020 Nr.6, $v=10\text{mm/min}$	95

1 Einleitung

Ultrahochmolekulares Polyethylen, oder besser bekannt als **UHMWPE** (Ultra-high-molecular-weight polyethylene), ist ein, seit den 1950er Jahren immer mehr an Bedeutung gewinnender, Werkstoff aus der Familie thermoplastischer Kunststoffe. Erst im Jahr 1962 fand der Werkstoff aufgrund seiner Festigkeit und gleichzeitig guter Reibeigenschaften im Bereich der Orthopädie, genauer die Prothetik, seine Anwendung. Er dient als Lagerwerkstoff für künstliche Gelenke um einen möglichst geringen Reibkoeffizienten an den Kontaktflächen im Gelenk zu erreichen (1).

Ein Nachteil von UHMWPE ist die begrenzte Lebensdauer, welche einen Austausch von künstlichen Gelenken nach einer gewissen Einsatzdauer notwendig macht. Um den Einfluss der Dauerbelastung auf die Festigkeit des Materials nach dem Einsatz zu bewerten, bietet sich das mechanische Prüfverfahren namens Small Punch an.

Im Zuge dieser Diplomarbeit soll eine Vorrichtung konstruiert, gebaut und auf Funktion getestet werden, um den Versuch des Small Punch korrekt nach der Norm ASTM F2183-02 (2002) (2) bzw. nach Angaben die im UHMWPE-Handbook (1) zu finden sind.

Des Weiteren stehen den durchzuführenden Versuchen die UHMWPE Werkstoffe GUR1020, GUR1050 und GUR1020 mit Vitamin E sowie PE 100 (HDPE) zur Verfügung welche durch nachvollziehbare Tests den Versuch validieren sollen.

Ziel ist es einen reproduzierbareren Zerstörungsversuch mit einer bestimmten Probengeometrie, welche aus den zu testenden Prothesen extrahiert werden kann, zu erstellen.

2 Theorie und Begriffserklärung

Es ist eine Tatsache, dass der Einsatz von Polymeren in der Medizintechnik in den letzten Jahrzehnten stark gewachsen ist. Nicht nur als Einwegartikel, sondern auch im Bereich der Endoprothetik. Gerade für diesen Einsatzbereich bietet UHMWPE zahlreiche Vorteile, welche später noch genauer erläutert werden. Große Relevanz hat UHMWPE für die Herstellung von Hüft- und Kniegelenksprothesen, weshalb auch auf die Anatomie und theoretische Grundlagen speziell für diese Einsatzgebiete tiefer eingegangen wird.

2.1 Endoprothetik

Mit Endoprothesen sind künstliche Implantate gemeint, welche dauerhaft im menschlichen Körper verbleiben um geschädigte bzw. erkrankte Körperteile gänzlich oder wenigstens teilweise zu ersetzen. Künstliche Hüft- und Kniegelenke sind bekannte Beispiele dafür, welche häufig aus Gründen von Verschleißerscheinungen oder Knochenbrüche sowie Gelenkserkrankungen aber auch wegen angeborenen Missbildungen künstlich ersetzt werden können.

Den ersten systematischen Erfolg erzielte die Endoprothetik, genauer die Hüftendoprothetik, ab dem Jahr 1960. (3) Die Verwendung von PE als Gleitwerkstoff und die Einführung des Knochenzements (bestehend aus Polymethylmethacrylat, PMMA) sind maßgeblich für diesen Erfolg mitverantwortlich. Mittlerweile werden allein in Deutschland in etwa 190.000 Hüftprothesen und ca. 160.000 Knieprothesen jährlich implantiert. Grund für diese Anzahl mit steigender Tendenz ist hohe Lebenserwartung der Bevölkerung. (3)

2.2 Das Hüftgelenk, *Articulatio coxae*

Beim Hüftgelenk handelt es sich um ein Kugelgelenk mit 3 Hauptbewegungsachsen und ist nach dem Kniegelenk das zweitgrößte Gelenk bei Säugetieren. Es besteht aus der Hüftpfanne (Acetabulum) und dem Hüftkopf (Caput femoris). Der nahezu kugelförmige Oberschenkelkopf, eine Extremität des Oberschenkelknochens (sog. Femur), drückt in die Hüftpfanne des Beckens und erzeugt somit eine Verbindung zwischen dem Bein und dem Rumpf des menschlichen Körpers, siehe Abbildung 1. Zwischen diesen beiden Hüftkomponenten fungiert eine sehr gleitfähige und feste Knorpelschicht als Oberfläche. Die an der restlichen Oberfläche anliegende dünne Gelenkhaut besitzt die Aufgabe Gleitflüssigkeit zur Schmierung zu produzieren. (4)

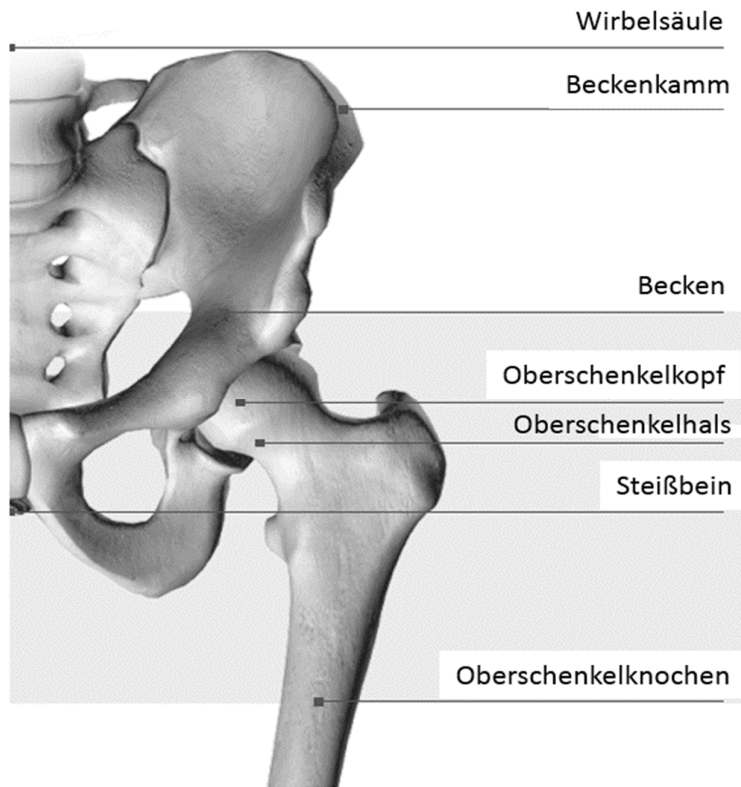


Abbildung 1: Das Hüftgelenk (5)

2.3 Das künstliche Hüftgelenk

Ziel ist es die natürlichen Funktionen des menschlichen Hüftgelenks möglichst gut nachzubilden und eine dauerhafte Endoprothese in den Körper einzupflanzen. Das Hüftgelenk muss mit dem Hüftknochen und dem Oberschenkelknochen fest verbunden sein und die Bewegungseigenschaften des alten Hüftgelenks übernehmen.

Bestehend aus einer künstlichen Gelenkspfanne und einem Schaft inklusive Kopf wird das künstliche Gesamtkonstrukt in das menschliche Skelett eingebaut. Die künstliche Pfanne setzt sich aus einer im Regelfall aus Metall bestehenden Schale, welche fest mit dem Beckenknochen verbunden ist, sowie einem mit der Schale befestigtem Einsatz, der als Gleitelement (Knorpelersatz) fungiert, zusammen. Dieser Einsatz muss durch die Dauerbelastung hohen Festigkeitsanforderungen und Gleiteigenschaften entsprechen. Der mit dem Schaft fest verbundene Kopf soll eine Gleitverbindung mit der Pfanne (Direktkontakt mit dem Einsatz) eingehen und somit die Beweglichkeit der Konstruktion gewährleisten. Der Schaft wird im Zuge der Implantation fest im Oberschenkelknochen verankert. (5) In Abbildung 2 sind die Komponenten einer Hüftendoprothese einzeln und als Verbund zu sehen.

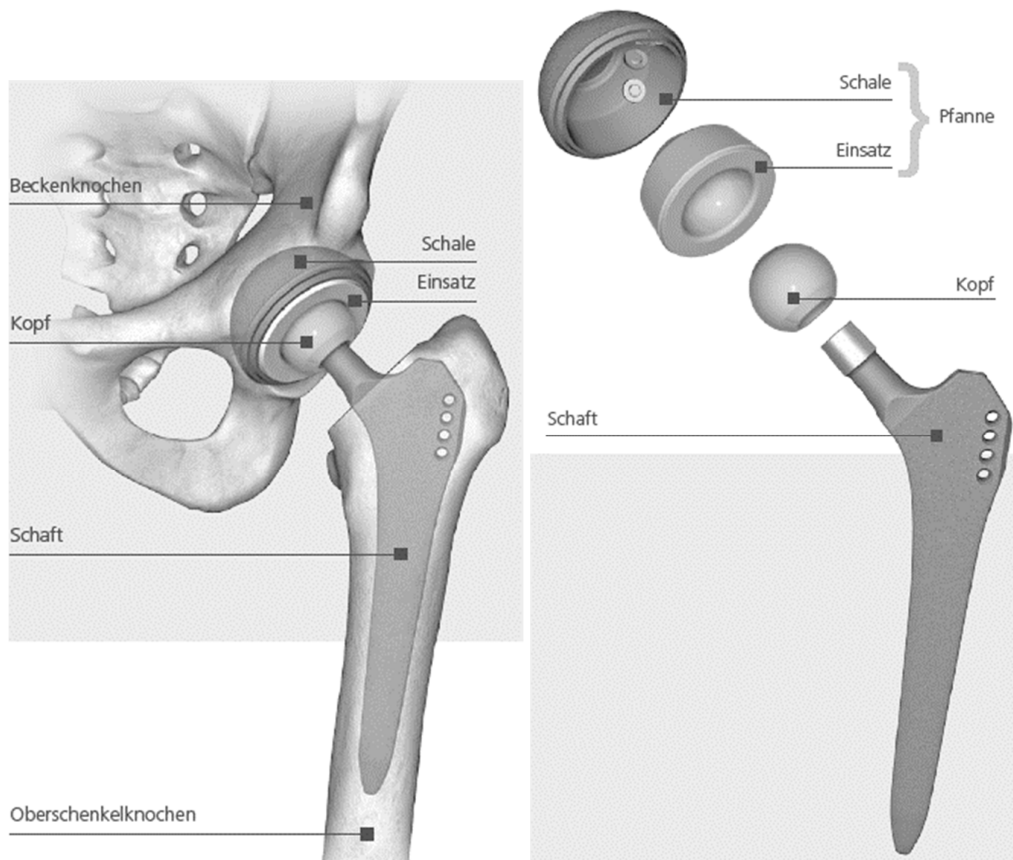


Abbildung 2: Hüftendoprothese mit Einzelkomponenten (5)

Die kritischen Aspekte dieser Implantation sind einerseits die Verankerung der Schale sowie des Schafts mit den menschlichen Knochenelementen und andererseits die Lebensdauer und Funktionalität der Gleitverbindung zwischen Schale und Einsatz. Zur Befestigung des Implantats mit dem menschlichen Skelett werden eine Kombination aus reibschlüssigem Pressverband und, bei Bedarf, abhängig vom Alter des Patienten und der Knochenqualität,



sogenanntem Knochenzement, bestehend aus PMMA (Polymethylmethacrylat). Jegliche vorzeitigen Verschleißerscheinungen oder Lockerungen sowie ein unsachgemäßes Zusammenspiel der sich zueinander bewegenden Gelenkskomponenten können Grund für eine frühzeitige, aufwendige und unter Umständen auch medizinisch kritische Reimplantation sein. (5)

In Abbildung 3 ist eine Röntgenaufnahme einer Hüftendoprothese im Einsatz zu sehen.

2.4 Das Kniegelenk, lat. *Articulatio genus*

Bestehend aus drei Knochenelementen stellt das Kniegelenk das größte Gelenk im menschlichen Körper dar. Es dient als Verbindungselement zwischen Oberschenkel- und Unterschenkelknochen. Als Gleitelemente befinden sich zwei mondformige Knorpelscheiben an der Innen- und Außenseite des Kniegelenks, dem sogenannten Innen- und Außenmeniskus, siehe Abbildung 4. (6)

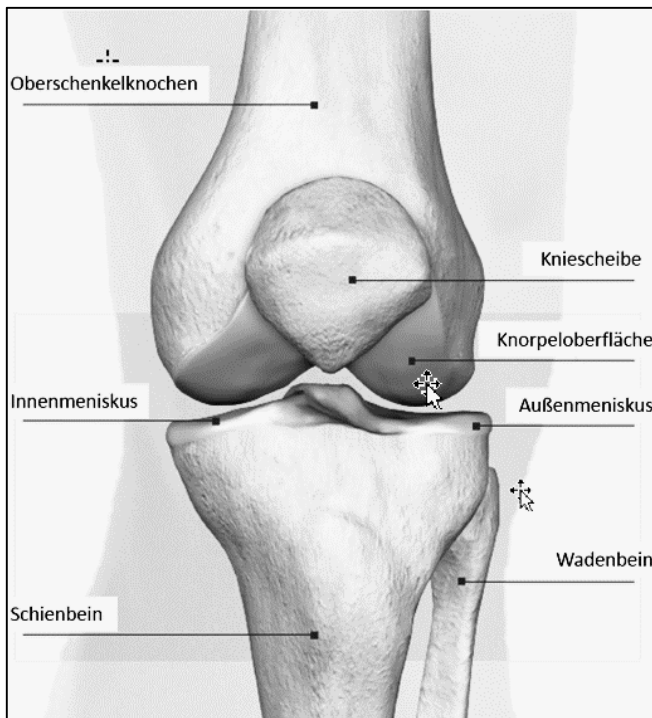


Abbildung 4: Das Kniegelenk (6)

2.5 Das künstliche Kniegelenk

Analog zum Hüftgelenk ist auch hier das Ziel die Funktionen des Kniegelenkes möglichst gut nachzubilden. Aufgrund der verschiedenen Krankheitsvarianten und -verläufe am Kniegelenk, gibt es auch verschiedene Gestaltungsmöglichkeit in Hinsicht auf die Implantate. In der Praxis wird nicht immer das gesamte Kniegelenk ersetzt, sondern je nach Anwendungsfall auch nur eine teilweise Implantation durchgeführt. (6)

In Abbildung 5 ist eine gänzliche Implantation des Kniegelenks zu sehen. Die Prothese besteht aus einer Femurkomponente, welche fest im Oberschenkelknochen (Femur) verankert wird. Gleiches gilt für die Tibiakomponente, die mit dem Unterschenkelknochen (Tibia) befestigt wird. Als Knorpelersatz zwischen Oberschenkel- und Unterschenkelknochen dient der Einsatz der Tibiakomponente, welche starr mit dem Unterschenkelknochen verbunden ist. Dieses

Gleitelement hat die Aufgabe die Relativbewegung der beiden vorhin beschriebenen Knochen zu gewährleisten und somit eine schmerzlose und möglichst reibungsarme Bewegung des Knies zu gewährleisten. (6)

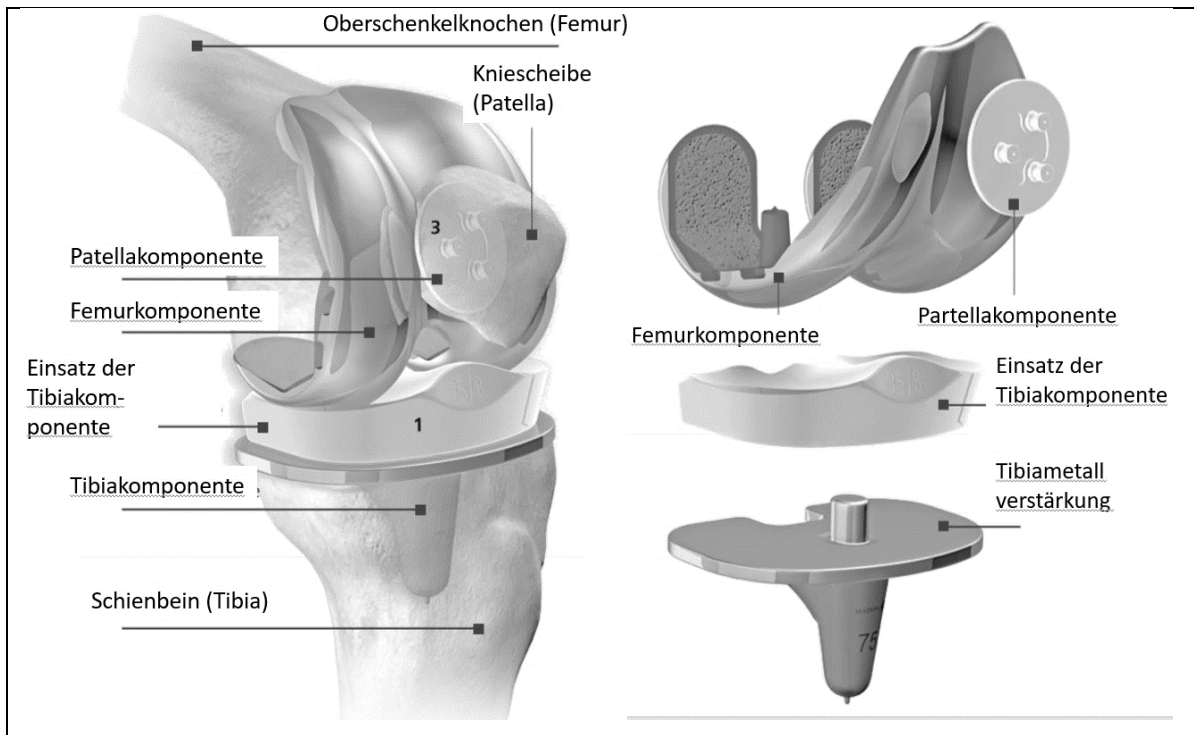


Abbildung 5: Knieendoprothese mit Einzelkomponenten (6)

Abbildung 6 zeigt den Unterschenkel- und Oberschenkelknochen vor einer kompletten Implantation einer Knieendoprothese.

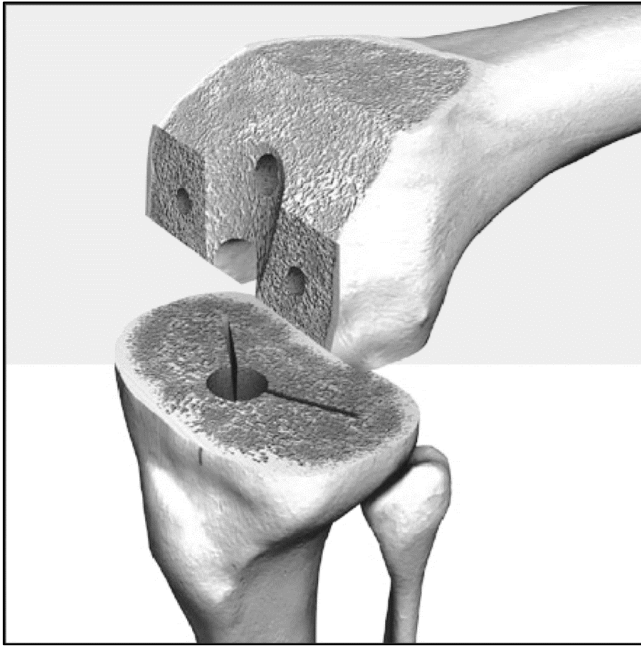


Abbildung 6: Vorbereitung des Oberschenkel- und Unterschenkelknochens vor der Implantation (6)

2.6 Werkstoffpaarung in der Hüft- und Knieendoprothetik

Kombinationen aus Metall und Kunststoff werden oft verwendet um künstliche Gelenke herzustellen, aber auch Keramik wird als Prothesenmaterial eingesetzt. Auch Keramik-Keramik sowie Metall-Metall-Verbindungen bilden keine Seltenheit als Kombinationen in der Hüft- und Knieendoprothetik. Jedoch stellt die Interaktion metallischer Nanopartikel, welche durch den Abrieb entstehen, mit dem Stoffwechsel des menschlichen Körpers ein medizinisches Problem dar. (3) Jene Komponenten, welche den Anschluss des Gelenks am jeweiligen Knochenende nachbilden, werden bevorzugt aus Metallen gefertigt. Neben den Anforderungen an Festigkeit, Reibverhalten und chemischer Beständigkeit müssen die eingesetzten Materialien vor allem jene an Bioverträglichkeit und -funktionsfähigkeit erfüllen. Als Metalle haben sich Titanlegierungen und CoCrMo-Stähle in der Endoprothetik etabliert. Folgende Komponenten werden bevorzugt aus Metallen gefertigt (3):

- Pfannenschale (Anschluss an Hüftknochen)
- Schaft (Anschluss an Oberschenkelknochen), wobei hier die Metalllegierung abhängig von der Verankerungsmethode des Schaftes mit dem Oberschenkelknochen ist.
- Hüftkopf; Kugelelement des künstlichen Gelenks

Der Hüftkopf und die Pfannenschale werden aber, je nach Anforderungen, auch aus anderen Werkstoffen wie Keramik oder Kunststoff hergestellt. (3)

Der Pfanneneinsatz wird vorwiegend aus Kunststoff (UHMWPE) oder Keramik gefertigt, da er als Gleitelement zwischen Hüftpfanne und Hüftkopf dient. Die Materialwahl ist allgemein stark abhängig vom Patienten. Das Alter, sportliche Aktivität und spezifische Eigenschaften des Patienten bilden hier wichtige Parameter zur Wahl der Werkstoffpaarung. (3) Für das Kniegelenk werden für folgende Komponenten bevorzugt Metalle angewendet:

- Patellakomponente (Schienbein)
- Tibiakomponente (Verbindung zum Unterschenkelknochen)
- Femurkomponente (Verbindung zum Oberschenkelknochen)

Der Einsatz der Tibiakomponente, das Gleitelement zwischen Ober- und Unterschenkelknochen, besteht jedoch ausschließlich aus Kunststoff. Auch hier wird UHMWPE bevorzugt eingesetzt. (3)

Aus der breiten Auswahl an Werkstoffen lässt sich eine große Anzahl an Werkstoffpaarungen ableiten. Auswahlkriterien für die geeignete Paarung sind Reibungskoeffizient, Lebensweise und Alter des Patienten sowie natürlich die Kosten für die Implantation.

Tabelle 1 zeigt eine Übersicht möglicher Gleitpaarung für Endoprothesen des Hüftgelenks mit den dazugehörigen, auf Messungen beruhenden, Abriebsraten in $\mu\text{m}/\text{Jahr}$. (3)

Tabelle 1: Gleitpaarungen von Hüftendoprothesen mit der jeweiligen Abriebsratge in $\mu\text{m}/\text{Jahr}$ (3)

Gleitpaarung	Abriebsrate in $\mu\text{m}/\text{Jahr}$
Metall/Polyethylen (Metall-PE)	150...200
Metall/UHMWPE	150...180
Al ₂ O ₃ /Polyethylen (Keramik-PE)	50...100
Keramik/UHMWPE	30...50
Al ₂ O ₃ /Al ₂ O ₃ (Keramik/Keramik)	<10
CoCrMo/CoCrMo (Metall/Metall)	< 10

3 Ultrahochmolekulares Polyethylen, der Werkstoff

Zu Beginn der 60er-Jahre erfolgte der erste Einsatz von synthetischen Polymeren, in Form von Einwegartikeln (beispielsweise Spritzen und Katheter) in der Medizintechnik. Durch den Einsatz von Einwegartikeln wurde das Infektionsrisiko, welches bei mehrfach verwendeten Artikeln aus Glas oder Metall relative hoch war, gesenkt. Die Intensionen waren somit nicht nur ökonomisch, sondern auch hygienisch begründet. Die weitere Verbreitung von synthetischen Polymeren, auch in den Bereich der Prothetik, erfolgte aufgrund der steigenden Variation und dem breiten Eigenschaftsspektrum des Materials sowie den, vergleichsweise zu Metallen oder Keramik, günstigen und einfachen Herstellungs- und Weiterverarbeitungsmethoden. Mit den heutzutage erreichbaren physikalischen und chemischen Eigenschaften, hier sei auch dezidiert das Beispiel Polyethylenen zu nennen, sind Polymere aus der Medizintechnik und vor allem auch in der Prothetik kaum wegzudenken.

3.1 Polyethylen

Polyethylen (Kurzzeichen PE) gehört der Gruppe der Polyolefine an und ist ein teilkristalliner Thermoplast. Charakterisierend für PE sind die hohe chemische Beständigkeit, gute elektrische Isolationsfähigkeit sowie gutes Gleitverhalten, jedoch eher mäßige mechanische Eigenschaften. (7)

Es sind verschiedene PE-Typen in der Industrie im Einsatz, welche sich beispielsweise in der Länge der Molekülketten, der Art der Kettenverzweigungen sowie der Kristallinität unterscheiden können. Dadurch werden Eigenschaften wie beispielsweise die Festigkeit, Duktilität oder Zähigkeit gezielt beeinflusst. Eine Ausführungsform von PE stellt ultrahochmolekulares Polyethylen dar. (1)

Polyethylen wird durch Polymerisation von Ethylen-Gas (oder auch Ethen genannt) hergestellt. Ethylen ist eine durch „Steamcracken“ von Kohlenwasserstoffen erzeugte gasförmige Verbindung mit der Summenformel C_2H_4 , siehe Abbildung 7, und bildet das einfachste Alken. (8)

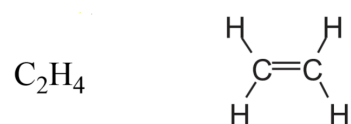


Abbildung 7: Summenformel von Ethylen (8)

3.1.1 Alkene

Alkene, oder auch Olefine genannt, sind chemische Verbindungen aus der Gruppe der Kohlenwasserstoffe. Genauer sind sie den aliphatischen Kohlenwasserstoffen zuzuordnen. Abbildung 8 zeigt die Anordnung aliphatischer (=kettenförmiger) und, zur Gegenüberstellung, aromatischer (=ringförmiger) Kohlenwasserstoffe. (7)

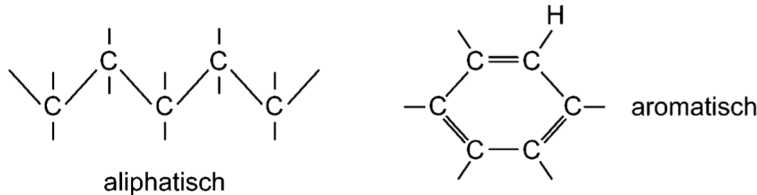


Abbildung 8: Vergleich aliphatischer und aromatischer Kohlenwasserstoffe (7)

Sie besitzen an einer beliebigen Position zumindest eine Kohlenstoff-Kohlenstoff-Doppelbindung im Molekül. Die Alkene unterliegen der allgemeinen Summenformel der Form: C_nH_{2n} . Wobei n eine beliebige natürliche Zahl darstellt. (8)

Alkene sind Monomere, also niedermolekulare reaktionsfähige Moleküle, welche sich zu Polymeren zusammenschließen können.

3.1.2 Polymerisation von Ethylen

Die Polymerisation ist eine synthetische Polyreaktion, welche durch Zusammenschluss mehrerer Monomere sogenannte Polymere erzeugt.

Unter bestimmten Reaktionsbedingungen, abhängig von den Parameter Druck, Temperatur und einem geeignetem Katalysator, werden die Doppelbindungen zwischen den Kohlenstoffatomen des Ethylens aufgeklappt. Dadurch entstehen aktivierte reaktionsfreudige Teilchen, siehe Abbildung 9, mit „freien Bindungsarmen“. Diese Teilchen verbinden sich anschließend miteinander und bilden lange Molekülketten, sogenannte Makromoleküle.

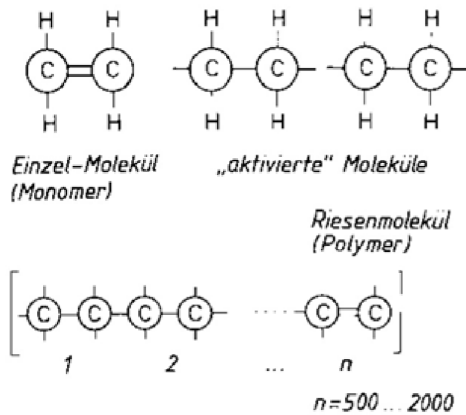


Abbildung 9: Polymerisation von Ethylen (7)

Üblicherweise entstehen unterschiedlich lange Molekülketten während der Polymerisation. Dies ist auf die Wärmeentwicklung während des Prozess zurückzuführen, welche das Kettenwachstum beeinflusst. Durch genauere Prozesssteuerung und den Einsatz geeigneter Katalysatoren kann das Kettenwachstum besser kontrolliert und eine engere Längenverteilung der Molekülketten realisiert werden.

Polyethylen gehört zur Gruppe der Polyolefine, welche teilkristalline Thermoplaste sind. Diese Art von Polymeren bestehen aus amorphen Bereichen, in denen die Molekülketten stochastisch verteilt und ineinander verschlauft auftreten, sowie Bereichen an denen sich kristalline Strukturen zeigen. Hier handelt es sich um Parallelbündelung von Molekülabschnitten oder Faltung von Molekülketten. (8) In Abbildung 10 ist eine schematische Darstellung eines teilkristallinen Polymers zu sehen. Die Molekülketten durchlaufen abwechselnd kristalline Bereiche, sogenannte lamellare Verbände (dargestellt als parallele Linien), und amorphe Bereiche.

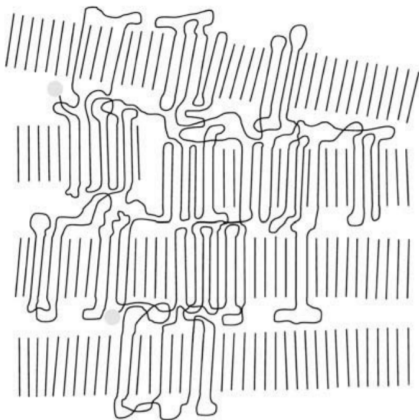


Abbildung 10: Schematische Darstellung der kristallinen und amorphen Bereiche (7)

3.1.3 Einfluss der Gestalt der Molekülketten auf physikalische Eigenschaften

Direkt abhängig mit der Kettenlänge der Makromoleküle ist die Molekülmasse. Mit steigender Moleküllänge erhöhen sich die Berührflächen zwischen den Molekülen und somit auch die zwischenmolekularen Bindungskräfte wodurch die Dichte, Schmelztemperatur und Festigkeit steigt. Erhöht sich jedoch die Anzahl der Verschlaufungen der Moleküle, so nehmen die Sekundärbindungen zwischen den Makromolekülen tendenziell ab, welche die Zugfestigkeit verringern, aber die chemische Beständigkeit der Polymere verbessern. Die Zunahme an Verschlaufungen erhöht die Zähigkeit des Kunststoffes bei Raumtemperatur, verschlechtert jedoch das Fließverhalten der Schmelze beim Urformen. (8)

Pauschal lässt sich über Thermoplaste mit geringer Molmasse ($\approx 5 \cdot 10^4$ g/mol) sagen, dass sie tendenziell

- eine geringere Festigkeit und Steifigkeit,
- eine geringere Arbeitsaufnahme
- und eine größere Kriecherscheinung bei Langzeitbelastung aufweisen. (7)

Hohe Molmassen, wie es bei ultrahochmolekularem Polyethylen der Fall ist, weisen hingegen eine hohe

- Verschleißfestigkeit,
- Schlagzähigkeit
- und Formstabilität auf. (7)

Allgemein lässt sich Polyethylen anhand seiner Dichte, welche vom Grad der Verzweigungen und der Länge der Makromoleküle abhängt, wie folgt unterteilen:

- Polyethylen mit niedriger Dichte ($0,91 \text{ g/cm}^3$ bis $0,92 \text{ g/cm}^3$), welches aus verzweigten Molekülen resultiert (Abkürzung: LDPE, low density polyethylene) und einen Kristallinitätsgrad von 40...50% erreicht,
- Polyethylene mit höherer Dichte ($0,94 \text{ g/cm}^3$ bis $0,96 \text{ g/cm}^3$), welches aus unverzweigten, also linearen und größeren Molekülen besteht (Abkürzung: HDPE, high density polyethylene) und einen Kristallinitätsgrad von 60...80% erreicht. (8)

Es kann folglich die Aussage getroffen werden, dass sich die Eigenschaften von Polyethylen mit steigender Dichte verbessern. (8)

3.2 UHMWPE, Eigenschaften und Struktur

Ultrahochmolekulares Polyethylen ist unverzweigt, gehört zur Gruppe der teilkristallinen Thermoplaste und zeigt in seinen physikalischen und chemischen Eigenschaften viele Ähnlichkeiten zu HDPE. Charakteristisch für UHMWPE sind jedoch die ausgesprochen langen und engmaschig angeordneten unverzweigten Molekülketten, welche um bis zu einen Faktor 10^3 länger sein können als bei herkömmlichen HDPE, sowie die daraus resultierende im Vergleich zu HDPE sehr hohe Molmasse. Während man bei einer Molmasse von bis zu 200g/mol noch von HDPE spricht, sind für UHMWPE Molmassen von bis zu 10^6 g/mol möglich. (1)

3.3 Technische Eigenschaften und Einsatzgebiete

Durch die Molekularstruktur werden für UHMWPE eine ungewöhnlich hohe Schlag- und Kerbzähigkeit sowie sehr günstige Reibungs- und Verschleißigenschaften, hohe Beständigkeit gegen Spannungskorrosion und eine sehr geringe Wasseraufnahme erreicht. Diese physikalischen Eigenschaften begründen die gute Eignung von UHMWPE als Lagerwerkstoff. Gerade in der Handhabetechnik wird dieses Material bevorzugt für das Auskleiden von Trichtern oder Gleitflächen (Rutschen) für Baumaterial, Gestein und Erz sowie Kohle oder Papier eingesetzt. Große Beliebtheit findet der Werkstoff auch im Einsatz für Pumpenteile, Dichtungen, Membrane, Lagern und Buchsen sowie Gleitschienen oder Fasern. Ein großes Einsatzgebiet, welches für diese Arbeit von besonderer Bedeutung ist, stellt die Endoprothetik dar. UHMWPE wird für chirurgische Implantate, Prothese und Stützapparate verwendet und wird hier Dauerbelastungen unter schwierigen Umgebungsbedingungen ausgesetzt. (8)

Um den Anforderungen als Lagerwerkstoff von künstlichen Gelenken zu entsprechen, sind hohe Festigkeit, chemische Beständigkeit und gute Reibeigenschaften sowie hoher Widerstand gegen abrasiven Verschleiß unabdingbare Eigenschaften.

Die wichtigsten mechanischen Eigenschaften sind in Tabelle 2 aufgelistet. Es wird unterschieden zwischen den Werkstoffen GUR 1020 und GUR 1050 sowie deren Herstellungsverfahren (ramextrudiert oder sintergepresst). Als Vergleich werden zusätzlich auch die Eigenschaften von LDPE und HDPE aufgelistet.

Ultrahochmolekulares Polyethylen, der Werkstoff

Tabelle 2: Mechanische Eigenschaften von UHMWPE, HDPE und LDPE (1) (9) (1)

	GUR 1020 extrudiert (1)	GUR 1020 formgepresst (1)	GUR 1050 extrudiert (1)	GUR 1050 formgepresst (1)	HDPE (9) (1)	LDPE (8)
Molmasse [10 ⁶ g/Mol]	3,5		5,5-6		0.05– 0.25	0,05- 0,2
Schmelz- temperatur [°C]	132 - 138				130– 137	105- 115
Dichte [g/cm³]	0,935 ± 1	0,935 ± 1	0,931 ± 1	0,930 ± 1	0.952 – 0.965	0,910- 0,930
Streckgrenze [MPa]	22,3 ± 0,5	21,9 ± 0,7	21,5 ± 0,5	21,0 ± 0,7	15-35	6-11
Zugfestigkeit [MPa]	53,7 ± 4,4	51,1 ± 7,7	50,7 ± 4,2	46,8 ± 6,4	18–40	7-16
Bruchdehnung [%]	452 ± 19	440 ± 32	395 ± 23	373 ± 29	40– 1000	50- 800
Kerbschlag- zähigkeit [J/m]				>1070	21– 214	
Kristallinitäts- grad [%]				39 - 75	60–80	40-50
E-Modul [MPa]	500-800				400- 4000	≈1000

Die unterschiedlichen Molmassen von GUR 1020 und GUR 1050 bestimmen die Festigkeits-, Zähigkeits- und Verschleißeigenschaften der Materialien. Je geringer die Molmasse des UHMWPE ist, umso größer sind die Bruchdehnung und die Zähigkeit des Materials bei gleichzeitig eher geringeren Festigkeits- und Verschleißeigenschaften. Durch eine hohe Molmasse wird die Festigkeit und Verschleißbeständigkeit verbessert, was jedoch das Material spröder und schlagempfindlicher macht. (1)

Studien zeigen feine Unterschiede in der Morphologie und Rissfortpflanzung zwischen formextrudierten und pressgesinterten UHMWPE. Während gepresste Materialien ein mehrheitlich isotropes Gefüge aufweisen, zeigen die extrudierten Werkstoffe eine sich verändernde Struktur entlang der Querschnittsfläche eines Halbzeugblockes. Diese Unterschiede wirken sich auf das Bruchverhalten und die Rissfortpflanzung aus. (1)

Es ist zu beachten, dass GUR (Granular UHMWPE Ruhrchemie) einen Markennamen darstellt und auf die Herstellerfirma Celanese GmbH zurückzuführen. Bekannt ist GUR auch von der Firma Ticona, welche jedoch unter der Dachmarke des Mutterkonzerns Celanese GmbH als Geschäftsbereich eingegliedert wurde. (1) (Webseite: <https://www.celanese.com> – 10.06.2017) Die Ziffern nach dem Markennamen beschreiben die Materialeigenschaften. Bei den beiden Werkstoffen GUR 1020 und GUR 1050 handelt es sich um kommerziell gebräuchliches UHMWPE für den Einsatz als Prothesenmaterialien. Sie entsprechen den internationalen Standards, ASTM F648 (10) und ISO 5834-1/-2 (11) (für Rohmaterialien und Halbzeuge) im Gesundheitswesen. (1)

3.4 Kommerzielle Herstellung von UHMWPE

Wie schon erläutert wurde, wird Polyethylen durch Polymerisation aus Ethylen hergestellt, welches durch „Steamcracken“ aus Kohlenwasserstoffverbindungen erzeugt wird. Als Rohstoff für die kommerzielle Ethylenproduktion werden hauptsächlich Naphta und Gasöl sowie Ethan oder Propan verwendet.

Für die synthetische Herstellung von UHMWPE wird das sogenannte Ziegler-Natta- oder Niederdruckverfahren verwendet, wo die Ethylenmonomere, in Form von gasförmigen Ethylen, mit Einsatz von Katalysatoren ($(\text{TiCl}_3/\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_3)$ und MgCl_2 als Trägersubstanz bei einem Überdruck von 0,1 bis 5 MPa und Temperaturen von 20 bis 150°C radikalisch polymerisiert werden. Anstatt der Ziegler-Natta-Katalysatoren können alternativ auch Metallocene verwendet werden, wodurch eine höhere Aktivität und die Erzeugung engerer Molmassenverteilungen erreicht werden können. (12)

Das Erzeugnis aus diesem in einer Wirbelschicht stattfindendem Prozess ist UHMWPE in Pulverform. Um als Implantatswerkstoff verwendet werden zu dürfen, müssen die Auflagen aus der ISO 5834 (11) bzw. der ASTM F 648 (10) eingehalten werden.

Die weitere Verarbeitung des UHMWPE-Pulvers gestaltet sich, aufgrund der hohen Viskosität, schwieriger als bei gewöhnlichen Thermoplasten, die durch Spritzgießen oder Extrudieren in Halbzeuge umgewandelt werden können. (1) Die hierfür angewendeten Verfahren sind das Presssintern und der Ramextrusion, siehe Abbildung 11.

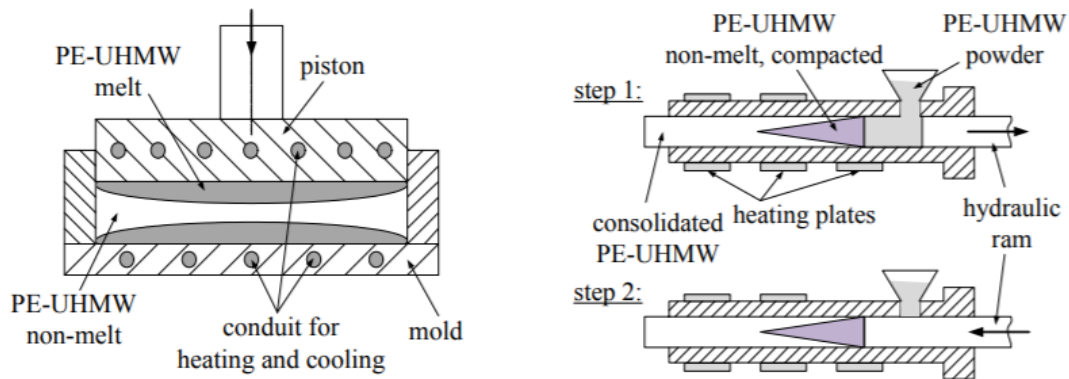


Abbildung 11: schematische Darstellung des Pressinterns (links) und der Ramextrusion (rechts) (13)

In beiden Fällen wird das Pulver unter Druck in eine beheizte Form gepresst. Während das Pressintern Halbzeuge in Form von endlich großen Blöcken oder Platten liefert, werden bei der Ramextrusion beliebig lange Profile in Folge eines kontinuierlichen Umformprozesses gepresst. (1)



Abbildung 12: typischer Fertigungsschritte bei der Erstellung von Endoprothesen aus UHMWPE (1)

In Abbildung 12 sind die typischen Erzeugnisse der Fertigungsschritte zur Herstellung von Implantatteilen aus UHMWPE dargestellt. Das als Pulver vorhandene Ausgangsmaterial (A) muss zu allererst durch ein geeignetes Urformverfahren zu einem Halbzeug (B) weiterverarbeitet werden um anschließend durch eine zerspanende Bearbeitung (C) präzise die Endform als Prothesenkomponente zu erreichen.

3.5 GUR 1020 PE-UHMW + Vitamin E

Bekannt ist die Zugabe vom Vitamin E in Polymeren aus der Verpackungs- und Lebensmittelindustrie und findet erstmals Beachtung in den frühen 1980er Jahren als hygienisch unbedenklicher Stabilisator gegen thermooxidativen Schäden am Material. (1)

Durch die Zugabe von Vitamin E in der Höhe von ca. 1000 ppm (1) während des Herstellungsprozesses, wird die Empfindlichkeit des UHMWPE gegenüber Lichtstrahlen, welche zu Alterungseffekten im Material und in Folge dessen zur Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften führen, entgegengewirkt. (13) Dieses Additiv fungiert hier als Antioxidant und bindet somit freie Radikale wodurch einer oxidativen Degradation des Polymers entgegengewirkt wird. Auch ist Vitamin E ein zugelassenes Material für den Einsatz im menschlichen Körper und stellt kein toxisch bedenkliches Problem dar. (1)

3.6 PE 100

Hier handelt es sich um handelsübliches HD-PE (high density polyethylene). Ein Polyethylen-Werkstoff mit hoher Dichte. Die genaue Produktbezeichnung lautet hier Eltex TUB 125 N2025. Die mechanischen Eigenschaften sind Tabelle 3 zu entnehmen, welche sich auf das Datenblatt aus Kapitel 8.2 *Datenblatt PE 100* beziehen.

Tabelle 3: Mechanische Eigenschaften PE 100

Material	Dichte [kg/m ³]	Streckgrenze [MPa]	Zugfestigkeit [MPa]	Bruchdehnung [%]
PE 100	952	25	-	>350

Dieser Werkstoff wird kommerziell häufig für Gasleitungen eingesetzt. Weitere technische Details können dem Produktdatenblatt im Anhang, siehe Kapitel 8.2 *Datenblatt PE 100*, entnommen werden. Dieses Polymere diene als Vergleichsmaterial bei der Versuchsdurchführung.

4 Der Versuch: Small-Punch

Folgende Anweisungen stammen aus der Literatur *UHMWE Handbook* (siehe Literaturverzeichnis) unter dem Kapitel *Development and Application of the Small Punch Test to UHMWPE*. (1)

Aus dieser Literatur stammt die für die Masterarbeit verwendete Idee des Small Punch-Versuches. Die Anleitung für den Versuchsaufbau, Versuchsdurchführung und die Bewertungsanalyse mit den gemessenen Daten wurden diesem Handbuch entnommen. Ziel war es diesen Versuch auf vorhandene Zugmaschinen zu applizieren und durchzuführen um repräsentative Messwerte für die Untersuchung von UHMWE-Materialien zu erhalten.

Bei dieser Testmethode handelt es sich um einen Zerstörungsversuch welcher auf eine Zug-/Druckprüfmaschine durchgeführt wird.

Nachdem einige Messversuche durchgeführt wurden, soll eine Anleitung zur korrekten Versuchsdurchführung und -bewertung erstellt werden womit für spätere Zwecke eine einfache, fehlerfreie und reproduzierbare Versuchsreihe vollzogen werden kann.

4.1 Probe

Natürlich bieten sich für eine festigkeitstechnische Bewertung verschiedene Prüfverfahren an. Als Beispiel ist hier der gewöhnliche Zugversuch oder Kerbschlagbiegeversuch zu nennen. Aufgrund der Geometrie und Größe der Prothesen bietet sich jedoch wenig Handlungsspielraum bei der Wahl der Probengeometrie, siehe Abbildung mit der Zusatzinformation, das ein Hüftgelenkspfannkopf, der die Form einer Kugel annähern entspricht, einen Durchmesser von ca. 2,5 cm besitzt. (5) Die gewölbte und dünnwandige Form des UHMWPE-Elements einer Gelenkprothese macht Proben für viele andere Versuchsmethoden zur Festigkeitsbewertung nur bedingt realisierbar.



Abbildung 13: Hüftgelenkspfanneneinsatz aus UHMWPE (14)

Des Weiteren sollen verschiedene Bereiche entlang der Oberfläche sowie Proben mit einem bestimmten Abstand zur Oberfläche, also aus dem Inneren der Prothese, analysiert werden. Festigkeitsunterschiede abhängig von der Entfernung des Kontaktbereiches im Einsatz sollen ermittelt werden.

4.1.1 Probengeometrie

Diese Tatsache, dass man in Zukunft an den, bereits im menschlichen Körper in Einsatz gewesenen, Prothesen die Festigkeitswerte des Materials entlang des Querschnittes schichtweise ermitteln und bewerten möchte, bringt die Forderung nach einer Probe mit möglichst kleiner Probendicke und möglichst kleiner Querschnittsfläche.

Hierzu eignet sich der Small Punch-Versuch, welche eine zylindrische Probe mit einem Durchmesser von 6,4 mm und einer Dicke von 500 μm verlangt, sehr gut. Abbildung 14 zeigt eine GUR 1050 Probe.

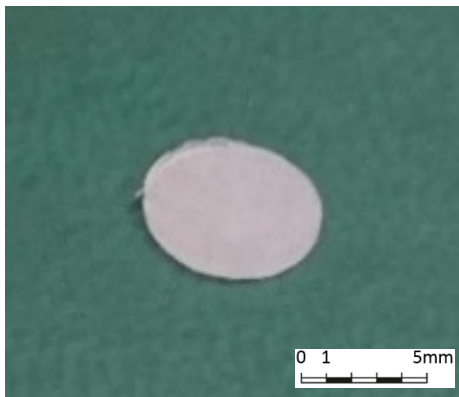


Abbildung 14: GUR 1050 Probe

4.1.2 Probenmaterial

Im Zuge dieser Arbeit wurden vier unterschiedliche Materialien zu Testzwecken untersucht, sowie deren Unterschiede aufgezeichnet und bewertet um eine Eignung dieses Testverfahrens für zukünftige Versuchsreihen zu rechtfertigen. Weitere Details werden im Kapitel 5 *V Versuchsergebnisse* erläutert.

Die untersuchten Materialien lauten wie folgt:

- GUR 1050 PE-UHMW
- GUR 1020 PE-UHMW
- GUR 1020 PE-UHMW + Vitamin E
- PE 100

4.2 Probenherstellung

Es handelt sich hier rein um die Herstellung der Proben aus UHMWPE, welches noch nicht als Werkstoff in Endoprothesen im Einsatz war. Diese Herstellungsmethode eignet sich deswegen nicht für Proben aus bereits eingesetzten Prothesenteilen, da die thermischen Pressvorgänge, welche Inhalt dieser Probenpräparation sind, die Festigkeitseigenschaften stark beeinflussen würden.

Für die Versuchsproben zur Validierung der Versuchsapplikation werden die Kunststoffe als Rohmaterial verarbeitet. Es wurden im Zuge dieser Masterarbeit keine Versuche an bereits eingesetzten Prothesen durchgeführt. Als Ausgangsmaterial stehen die UHMWPE-Materialien in Form von Vierkantplatten, siehe Abbildung 15 rechts, und das PE 100 in Form von Granulat, siehe Abbildung 15 links, zur Verfügung.

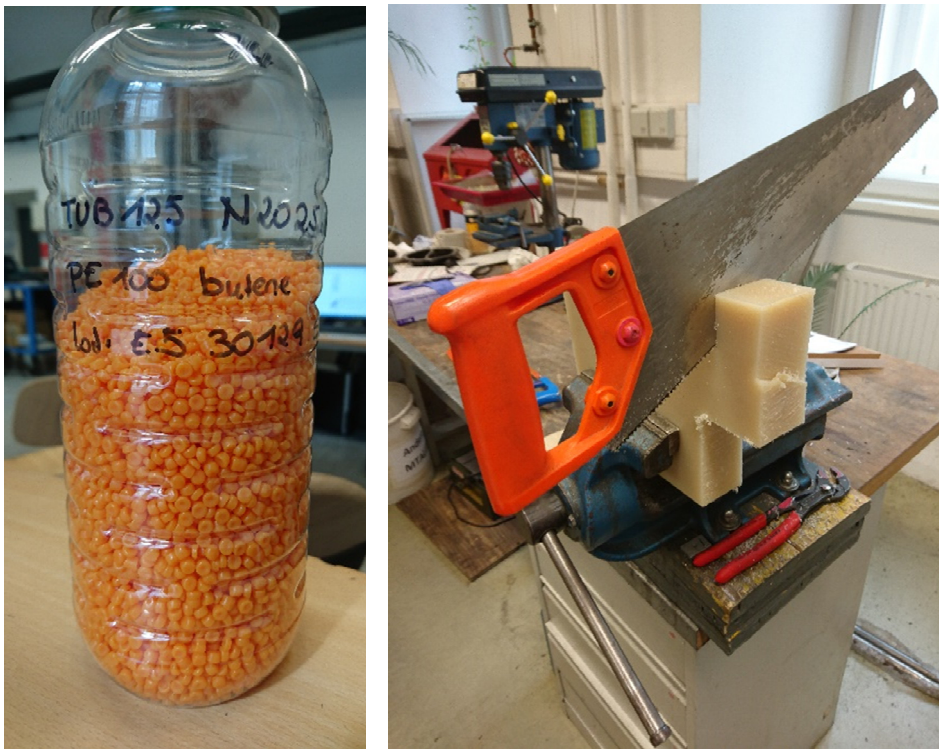


Abbildung 15: links: PE 100 Granulat, rechts: Halbzeug GUR 1020 + Vitamin E

4.2.1 Probenvorbereitung

Aus den Blockhalbzeugen wurden mechanisch grobe Teile abgesägt, welche eine maximale Seitenlänge von ca. 10 mm im quadratischen Querschnitt nicht überschreiten sollten und eine Tiefe von ca. 50 mm aufwiesen, siehe Abbildung 16.



Abbildung 16: GUR 1020-Block vor dem Pressvorgang

Grund für die begrenzten Abmessungen ist der anschließende thermische Pressvorgang. Hier werden die groben Probenstücke auf eine Dicke von 0,5mm gepresst, welche der Dicke der fertigen Probe entspricht. Die Eingrenzung der Geometrie ist aufgrund der maximalen Leistung der zur Verfügung stehenden thermischen Presse notwendig. Bei zu hohem Volumen wird die realisierbare Dicke der gepressten Platten größer und impliziert mehr Nachbearbeitungsaufwand. Je großvolumiger die Blöcke vor dem Pressen sind, umso mehr Leistung wird der Presse abverlangt, wodurch schnell die technisch realisierbaren Maximaldrücke erreicht werden können.

Für die thermische Presse wurde ein auf Erfahrungen basierendes, geeignetes Pressprogramm durchgeführt, siehe Tabelle 4.

Tabelle 4: Prozessparameter der thermischen Presse

Zieltemperatur [°C]	25	170	140	25
Prozessdauer [min]	15	10	3	12
Druck [bar]	2	10	20	50
Temperaturänderungsrate [sec/K]	6	0	6	6

Bei einer definierten Prozessdauer wird mit einer Temperaturänderungsrate und aufgebrachtem Druck die Probe auf die Zieltemperatur gebracht. Für das PE 100 wurde eine Menge mit ähnlichem Volumen mit denselben Prozessparametern gepresst. Ausgangsmaterial war hier wie vorhin schon gezeigt PE 100 Granulat, siehe Abbildung 15. Aus dem Pressvorgang kommen Platten mit einer Dicke von 0,5 mm hervor. Erreicht wird diese Abmessung durch

geeignetes Einlegen von Schablonen in die Presse, welche eine dünnere Ausführung verhindern sollen. Ein Beispiel aus dem UHMWPE-Material GUR 1020 ist in Abbildung 17 zu sehen.



Abbildung 17: Probenplatte GUR 1020

Da die Dicke nach dem Pressvorgang nicht exakt den Maßtoleranzen der Norm aus dem UHMWPE-Handbook (1) entspricht und der Durchmesser nach dem Stanzen die Vorgabetoleranzen auch nicht erfüllt, muss hier nachgearbeitet werden. Aus diesen Platten wurden dann die fertigen Proben mit Hilfe eines Stanzwerkzeuges, siehe Abbildung 18, herausgestanzt und mit Schleifpapier auf Maß geschliffen.



Abbildung 18: Stanzwerkzeug für UHMWPE-Proben

Es wird laut Norm eine Abweichung von nur $1,3\mu\text{m}$ toleriert. (1) Gemessen wurde die Probengeometrie mit einer handelsüblichen digitalen Schiebelehre.

4.3 Versuchsaufbau

Wie schon erläutert wurde, war der Hauptteil der Masterarbeit der Bau der Applikation für die Versuchsdurchführung. Zu den vorhandenen Ressourcen zählt eine Zug- /Druckprüfmaschine von Zwick/Roell (Modell Z050), siehe Abbildung 19, für die Kraftaufbringung, eine Kraftmessdose für die Kraftmessung sowie die dazugehörige Software

Der Versuch: Small-Punch

um die benötigten Messwerte Kraft, Weg und Versuchsdauer auszulesen und korrekt abzubilden zu können.

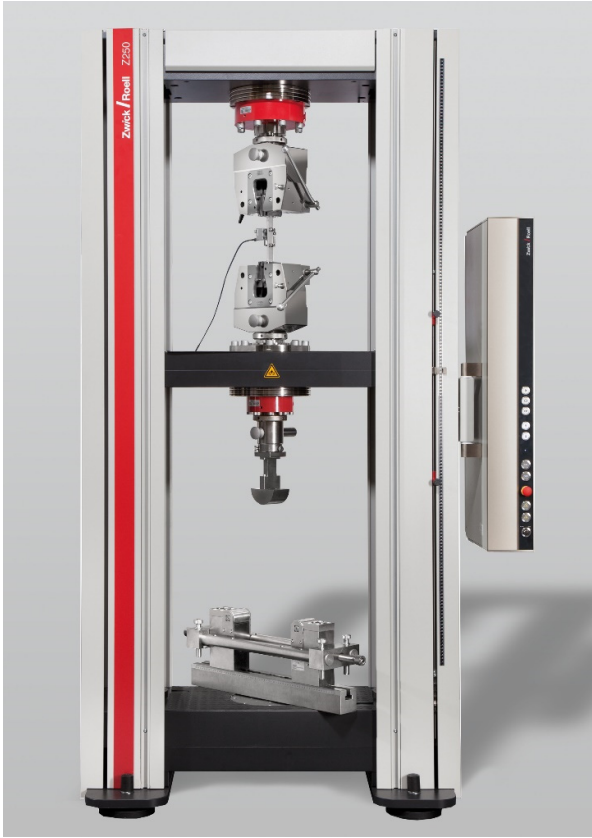


Abbildung 19: Zwick Roell Z050 (15)

Für die Durchführung des Small Punch-Versuches wird nun eine Applikation benötigt welche in diese Zugprüfmaschine integriert werden, die UHMWPE-Probe aufnehmen und die normgerechte Zerstörung der Probe gewährleisten kann. Die dazu notwendige Anleitung sowie die Abmessungen der Vorrichtung werden aus dem UHMWPE-Handbook (1) genommen.

In Abbildung 20, welche dem UHMWPE-Handbook entnommen wurde, ist eine Prinzipzeichnung des Versuches dargestellt. Die Vorrichtung besteht aus dem Stempel, der Matrize und der Führung.

Der Versuch: Small-Punch

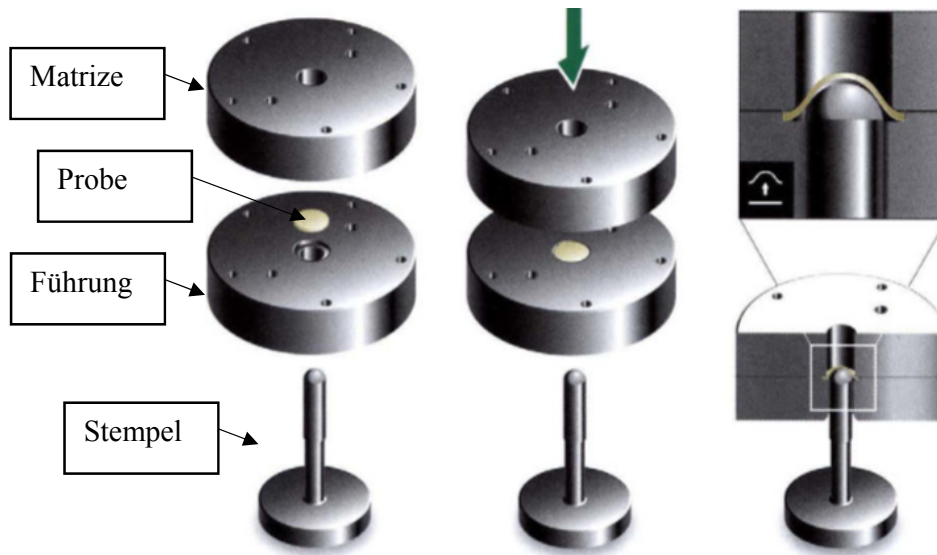


Abbildung 20: Small Punch Darstellung, UHMWPE-Handbook (1)

Eingeschlossen zwischen Matrize und Führung wird die Probe mit dem Stempel belastet. Die Kraftaufbringung erfolgt in der Zugprüfmaschine. Der Versuch endet mit dem Bruch der Probe. Es handelt sich um einen Umlaufbiegeversuch, nach dem Prinzip des Dreipunktbiegeversuches (würde man einen Halbschnitt der Vorrichtung betrachten so würde diese am ehesten einem Dreipunktbiegeversuch nahekommen). Die Probe wird also nicht eingespannt, sondern befindet sich mit einem gewissen Spiel, welches aber laut Norm auf ein Minimum gehalten werden sollte, in der Vorrichtung.

Die zur Herstellung benötigten Konstruktionszeichnungen für die Vorrichtungsteile wurden im Zuge dieser Arbeit mit dem Programm CATIA V5 als 3D-Modell konstruiert und sind dem Anhang, Kapitel 8.1 *Konstruktionszeichnungen*, als 2D-Ableitungen zu entnehmen.

4.3.1 Der Stempel, „Punch“

Der Stempel dient dazu um die Probe, welche zwischen Matrize und Führung eingeschlossen wird, im Zuge eines Umlaufbiegeversuches zu zerstören. Er ist direkt mit der Vorschubvorrichtung der Zugprüfmaschine verbunden und bewegt sich relativ zur Führung sowie der Matrize. In Abbildung 21 ist ein 3D-Modell dieses Stempels zu sehen. Wichtig an diesem Bauteil sind eine möglichst steife Ausführung und eine saubere Fertigung der Abrundung an der Spitze, welche auch in direktem Kontakt mit der Probe sein wird.

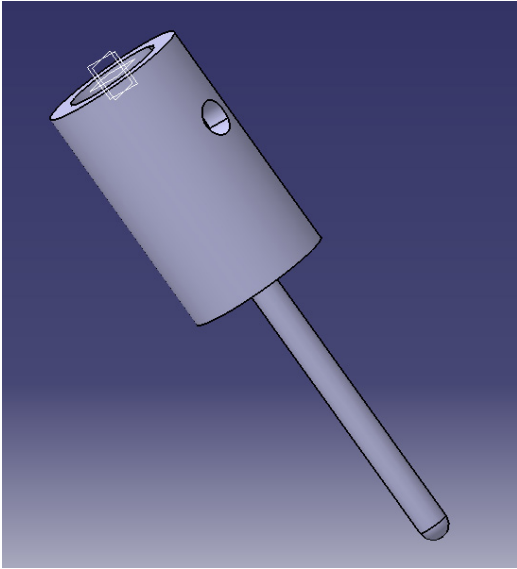


Abbildung 21: 3D-Modell des Stempels, Punch

Um eine hohe Steifigkeit bei relativ schmaler und langer Ausführung dieses Bauteils zu erreichen, wird der Stempel aus handelsüblichem Werkzeugstahl (HSS-High Speed Steel) gefertigt.

4.3.2 Die Führung, „Guide“

In Abbildung 22 ist die Führung, der sog. „Guide“, zu sehen. In diese wird die Probe mittig eingelegt, hierzu wird eine Ausfräsung, welche auf die Führungsbohrung in der Mitte abschließt, gefertigt, welche genau den Abmessungen der Probe entsprechen soll. Die Führungsbohrung besitzt mit 2,5 mm denselben Durchmesser wie der des Stempels. Hier soll eine genau aber trotzdem möglichst reibungsfreie Führung realisiert werden.

Die Einhaltung der engen Toleranzen ist die spätere Versuchsdurchführung sehr wichtig. Viel Aufmerksamkeit ist jedoch auch der späteren Probenpräparation zu widmen. Hier muss ein genauer Abgleich der Abmessungen zwischen der Ausfräsung im Guide und der Probengeometrie stattfinden um einen erfolgreichen Versuch zu gewährleisten. Ein zu hohes Spiel würde ein Durchrutschen der Probe durch die Führung fördern. Ein Übermaß würde die Probe spannungstechnisch beeinflussen und die Messergebnisse verfälschen, auch wenn der Versuch erfolgreich zustande kommt.

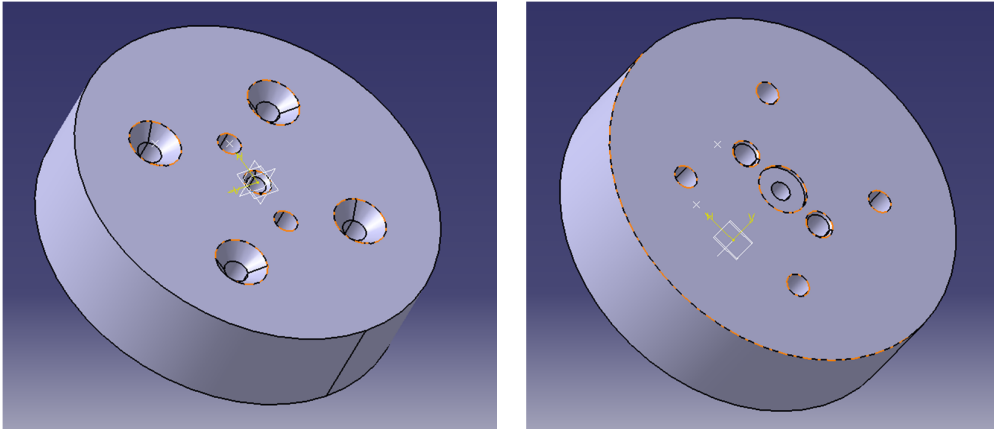


Abbildung 22: 3D-Modell der Führung, Guide

Die vier Bohrungen mit Senkung dienen als Aufnahmen für Senkschrauben zum Befestigen der Führung an die Matrize. Die beiden dezentralen Ø3,5mm-Bohrungen sind für die Verbindung mit Passstift notwendig. So wird eine Zentrierung zwischen Matrize und Führung gewährleistet.

4.3.3 Die Matrize, „Die“

Die Matrize soll per Schraubverbindung mit der Führung fixiert werden. Die Passstifte dienen zu Zentrierung. Ziel ist die Probe zwischen Matrize und Führung einzuschließen, jedoch möglichst keine reibschlüssige Verbindung zwischen Probe und Vorrichtung zu erreichen. Es ist für den Versuch notwendig, dass die Probe während der Deformation durch die Belastung nicht eingeeengt oder gar eingespannt wird. Gleichzeitig ist es genau so wichtig das Spiel zwischen Probe und Vorrichtung auf ein Minimum zu reduzieren.

Werden diese Bedingungen nicht erfüllt, besteht eine sehr hohe Wahrscheinlichkeit, dass die Versuchsergebnisse fehlerhaft oder gar nicht bewertbar werden, da es zu keinem korrekten Bruchverhalten der Probe kommt.

In Abbildung 23 ist ein 3D-Modell der Matrize zu sehen.

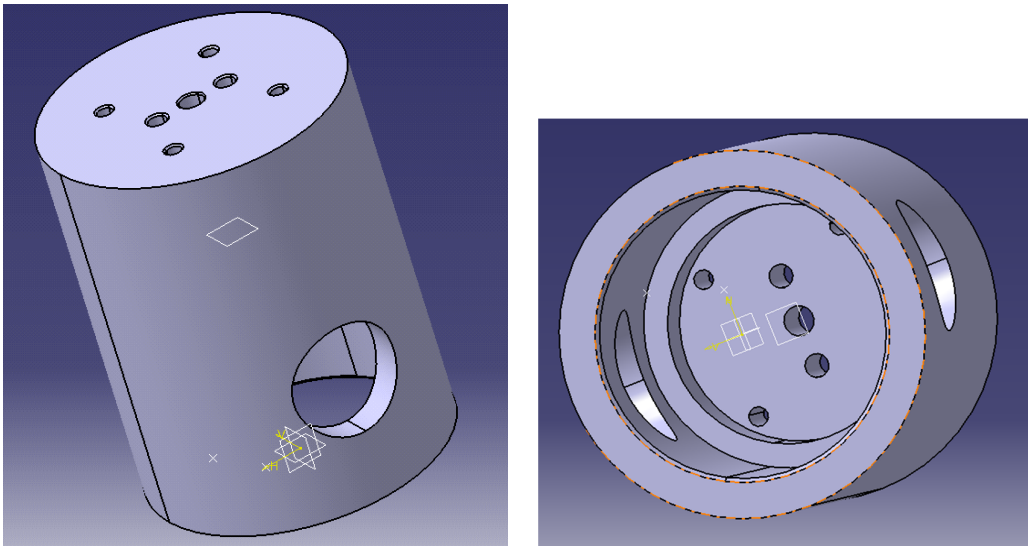


Abbildung 23: 3D-Modell der Matrize, Die

Besonders hervorzuheben ist die Bohrung in der Mitte. Anders als bei der Führung ist diese im Durchmesser ($\varnothing 3,8$ mm) größer als der Stempel. Dadurch wird ein Spalt zwischen Stempel und Matrize realisiert, welcher diesen Versuch erst zu einem Umlaufbiegeversuch macht.

Wären die Durchmesser annähernd gleich, also der Spalt sehr klein, würde man hier Scherkräfte als maßgebende Belastung hervorrufen, welche nicht die gewünschte Belastungsart wären.

4.3.4 Zusammenbau

Abbildung 24 zeigt die zusammengebaute Konstruktion, so wie sie dann in die Zugprüfmaschine eingebaut werden soll, als 3D-Modell.

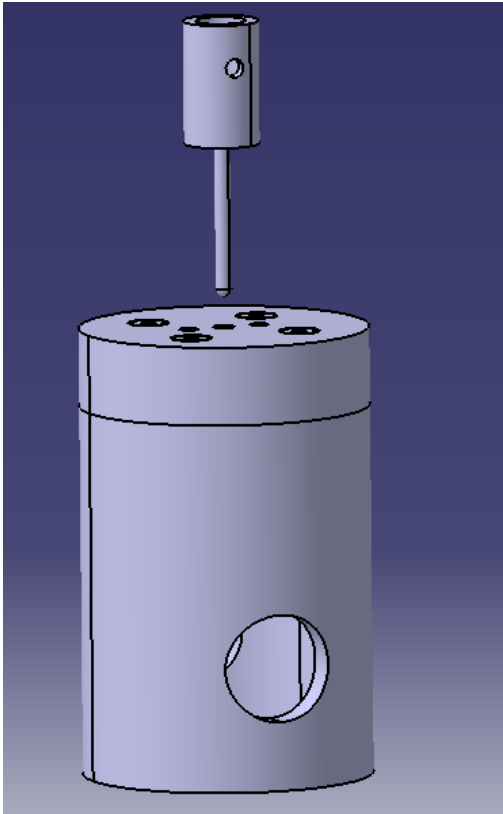


Abbildung 24: 3D-Modell der Zusammenstellung

In Abbildung 25 ist die gefertigte Führung des Small Punch-Versuches dargestellt. Hier sind die Innenseite ersichtlich, welche beim Zusammenbau der Vorrichtung auf die Matrize gelegt und anschließend mit dieser verschraubt wird, sowie die Außenseite mit den Senkbohrungen für die Schrauben. Die Bohrungen neben der Probenaufnahmenut sind für die Passstifte vorgesehen.

Der Versuch: Small-Punch



Abbildung 25: Führung, links: Aufnahme der Probe-Innenseite; rechts: Verschraubungsseite-Außenseite
Abbildung 26 zeigt die gefertigte Matrize mit bereits eingepressten Passstiften.



Abbildung 26: Matrize mit Passstiften

Der Stempel, laut Norm der “Punch”, ist in Abbildung 27 dargestellt.



Abbildung 27: Stempel

In Abbildung 28 ist die fertige Zusammenstellung der Vorrichtung zu sehen inklusive eingelegtem Stempel.



Abbildung 28: Zusammenbau der Vorrichtung

Der Versuch: Small-Punch

Die Verschraubung kann durchaus per Hand ausgeführt werden, da die Probe ohnehin nicht richtig eingespannt, sondern nur eingeschlossen wird. Um jedoch trotzdem einen gleichmäßigen Anzug bei allen Schrauben zu erreichen wird ein handelsüblicher Akkuschrauber mit einstellbarer Drehmomentbegrenzung für den Anzug verwendet. Die Verwendung einer Schraubstation wird empfohlen.



Abbildung 29: Gesamtansicht Vorrichtung in Prüfmaschine

Abbildung 29 zeigt den Einbau der Vorrichtung in die Prüfmaschine. Um die Druckkraft zu messen, wird eine Kraftmessdose (Kraftermittlung mittels Dehnmessstreifen), siehe Abbildung 30, zwischen der Vorrichtung und der Prüfmaschine eingespannt. Die Matrize passt genau auf die Aufnahme der Zugprüfmaschine und ist somit gegen seitliches Verschieben gesichert. Eine Sicherung entlang der vertikalen Achse gegen Abheben ist nicht notwendig, da der Small Punch-Versuch nur in eine Richtung durchgeführt wird.

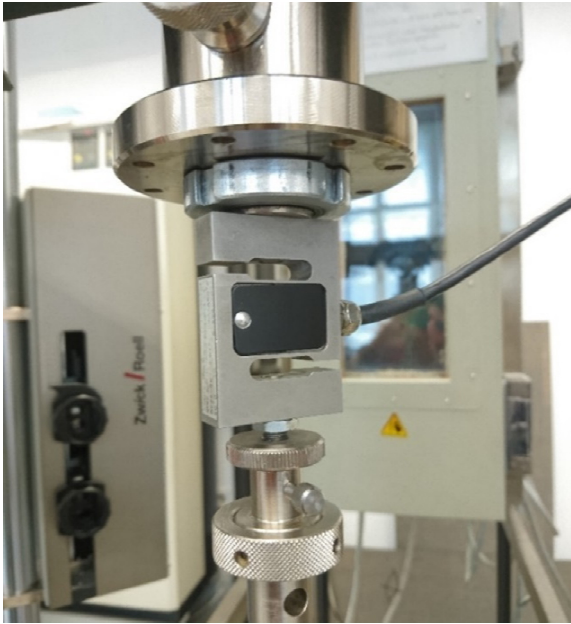


Abbildung 30: Kraftmessdose

In Abbildung 31 ist ein Kugelkörper zu sehen, welcher sich zwischen der Vorrichtung und der Kraftmessdose befindet.



Abbildung 31: Nahaufnahme der Kugel zwischen Vorrichtung und Prüfmaschine

Die Überlegung hier liegt darin, dass dadurch die Kraftaufbringung auf die Vorrichtung, genauer gesagt auf den Stempel, normal in Bewegungsrichtung erfolgt. Somit werden

unerwünschte Seitenkräfte, welche zwischen Stempel und Führung Reibungskräfte erzeugen würden, großteils eliminiert. Diese Reibungskräfte würden das Ergebnis verfälschen, da sie von der Kraftmessdose zu der tatsächlich auf die Probe aufgebrachten Stempelkraft dazu addiert werden würden.

4.4 Prozessparameter, Small Punch

Alle Prozessparameter und Versuchsbedingungen sind dem UHMWPE-Handbook (1) entnommen. Die Kraftaufbringung durch die die Prüfmaschine erfolgt mit einem Wegvorschub von 0,5mm/min. Durch die Kraftmessdose und dem zurückgelegten Weg werden die Kraft-Weg-Diagramme zur Ergebnisauswertung erstellt.

4.5 Ergebnisauswertung

Während des Versuchs wird der zurückgelegte Weg vom ersten belastungslosen Kontakt zwischen Stempel und Probe bis zum Bruch aufgezeichnet. Die Kraftmessdose misst die Kraft ab dem ersten Kontaktpunkt, die vom Stempel auf die Probe aufgebracht wird. Auch diese Daten werden von der Maschinensoftware aufgezeichnet. Mit diesen Werten wird ein Diagramm durch die Software der Zugprüfmaschine generiert, welches den Weg auf die Abszisse und die Kraft auf die Ordinate aufrägt um einen Kraft-Weg-Verlauf darzustellen.

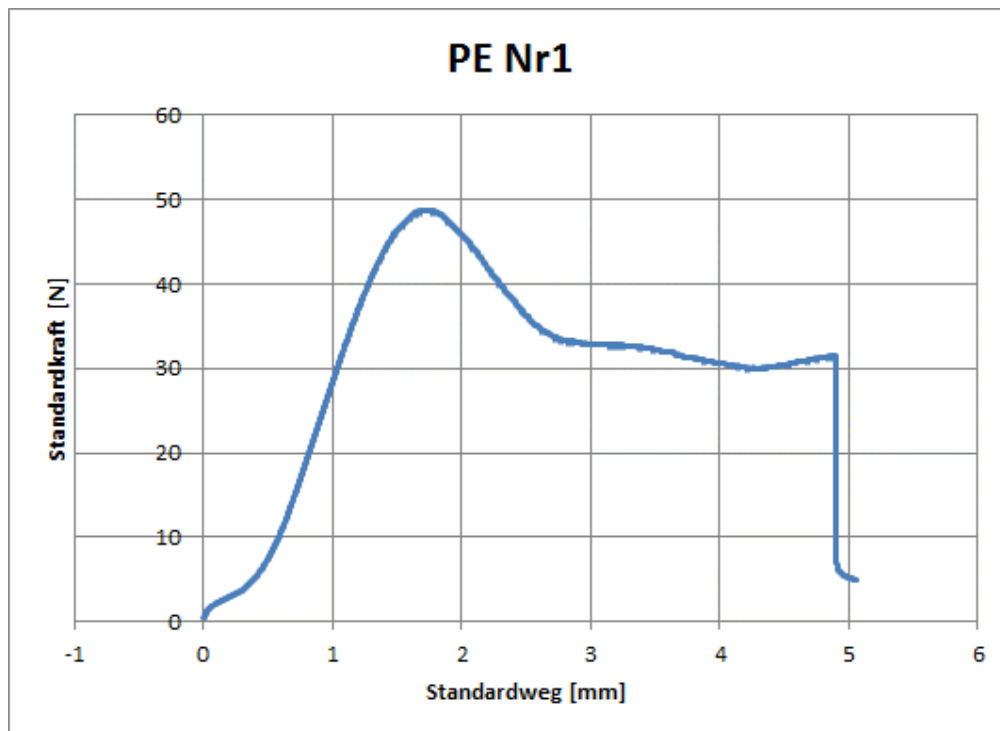


Diagramm 1: Small Punch, PE 100 Nr.1

Diesem Diagramm können somit die maximal auftretende Widerstandskraft, der Kraft-Weg-Verlauf, die Bruchdehnung sowie die geleistete Arbeit, durch Integration des Kraftverlaufes nach dem zurückgelegten Weg (entspricht der Fläche unter der Funktion) entnommen werden um die geprüften Werkstoffe festigkeitstechnisch zu bewerten. Zur qualitativen Bewertung sind die maximal erreichte Widerstandskraft und der Kraftverlauf ausschlaggebend. Ein erfolgreich durchgeführter Versuchsverlauf ist in Diagramm 1 zu sehen. Als Probe wurde hier PE 100 verwendet. Handelsübliches HDPE welches zwar kein UHMWPE-Werkstoff ist, jedoch einen qualitativ ähnlichen und typischen Kraftverlauf aufweist.

Abbildung 32 zeigt typische Versuchskurven des Small Punch-Versuches für verschiedene Polyethylentypen mit unterschiedlichen Molmassen in absteigender Reihenfolge: UHMWPE GUR 1050, UHMWPE GUR 1020, VHMWPE GHR 8110 und HDPE LM 6007. (1)

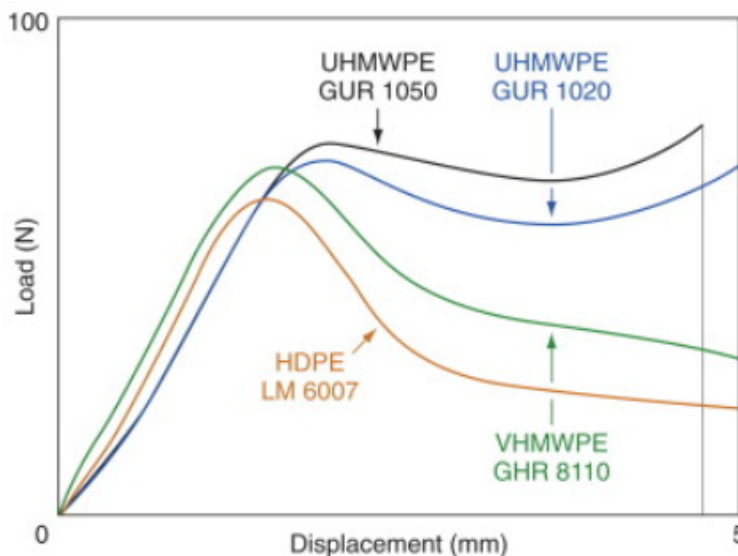


Abbildung 32: Versuchsdiagramm Small Punch mit Verläufen verschiedener Polyethylentypen (1)

Die Verläufe des Small Punch-Versuches unterscheiden sich zwischen GUR 1020, welches zäher ist und eine höhere Bruchdehnung aufweist, und GUR 1050, welches eine höhere Maximalkraft aufweisen, aber früher brechen sollte. Grundsätzlich ist für UHMWPE eine Maximalkraft im Bereich von 60...80 N zu erwarten und Verlaufskurven analog zu Abbildung 32. HDPE weist aufgrund der geringeren Festigkeit und deutlich niedrigeren Molmasse eine niedrigere Maximalkraft auf. Auch sinkt dessen Verlauf nach Erreich des Maximums stärker ab und zeigt keinen weiteren Anstieg. Wie die Versuche im Zuge dieser Arbeit jedoch zeigen, werden diese Ergebnisvorgaben nicht erreicht.

4.6 Mögliche Fehlerquellen im Versuch

Im Zuge der Versuchsreihen sind Probleme und Schwierigkeiten aufgetreten, die im Zuge der Ergebnisauswertung (Kapitel 5 *Versuchsergebnisse*) näher erläutert werden. Eines der wichtigsten Kriterien für einen erfolgreichen Small Punch-Versuch ist die präzise und korrekte Probenpräparation. Bei zu dicker Geometrie besteht die Gefahr einer unregelmäßigen Quetschung der Probe in der Vorrichtung. Vor allem tritt diese Einspannung der Probe im Normalfall nicht gleichmäßig entlang der Oberfläche auf. Durch nicht exakt eingehaltene Maß- und Formtoleranzen entsteht eine ungleichförmige Belastung am Probenrad wodurch es leicht zu einem einseitigen Durchrutschen während des Versuchs kommen kann. Hier handelt es sich jedoch um eine unbrauchbare Aufzeichnung, da kein normgerechter Riss in der Mitte der Probe entsteht und somit keine Aussage über mechanische Festigkeitseigenschaft getroffen werden kann.

Ein weiterer möglicher Fehler ist die vollständige Einspannung bzw. Quetschung der Probe in der Vorrichtung. Weist der Probenkörper gänzlich eine zu große Dicke auf, so wird diese durch den engen Raum in der Vorrichtung ganzheitlich eingedrückt und somit verspannt. Das heißt eine Relativbewegung der Probe zur Vorrichtungsoberfläche wird unterdrückt bzw. erschwert. Die Folge daraus ist ein verfälschender Belastungsfall, welcher die Messwerte und die darauf basierende Auswertung maßgeblich beeinflussen kann.

Der dritte häufig auftretende Fehler entsteht bei zu geringer Probendicke. Durch die dünnere Probengeometrie entsteht ein geringeres Widerstandsmoment, wodurch die Probe flexibler und leichter Verformbar wird. Dieser Fall fördert auch ein Durchrutschen der Probe ohne, dass ein Bruch in der Probenmitte auftritt. Die Probe rutscht zwischen Stempel und Matrize und ummantelt den Stempel und erzeugt dadurch einen Reibwiderstand der von der Kraftmessdose gemessen und von der Maschinensoftware aufgezeichnet wird.

5 Versuchsergebnisse

Es wurde mit verschiedenen UHMWPE-Materialien und einem gewöhnlichen HDPE-Werkstoff Versuche durchgeführt. Ziel war es eine Durchgängigkeit und nachweisbare Reproduzierbarkeit zu erreichen um den Versuch für spätere Anwendungen an UHMWPE-Komponenten aus Endoprothesen zu validieren. Auch wurden im Zuge dieser Masterarbeit Zugversuchen an manchen Werkstoffen durchgeführt um Festigkeitsunterschiede zwischen den Materialien aufzuzeigen.

5.1 Erste Versuche

Zu Beginn der Versuchsreihe stellten die in Kapitel 4.6 *Mögliche Fehlerquellen im Versuch* erläuterten Fehler ein großes Problem dar. Nahezu keine Probe wurde korrekt zerstört und die Auswertung der Ergebnisse war somit falsch.

Das Durchrutschen der Probe verhinderte einen mittigen Riss, welcher maßgeblich für den Versuch ist, und zeichnete falsche Kraft-Weg-Verläufe auf. Auch durch genaues Arbeiten bei der Probenpräparation wurden die gewünschten Ergebnisse nicht erreicht. Durch die auftretende Quetschung und die daraus resultierenden Reibkräfte, erreichte die durch die Kraftmessdose gemessene Widerstandskraft mehr als 180N. Verglichen mit den Ergebnissen aus den Versuchen im UHMWPE-Handbook (1) ist das viel zu hoch. Hier sind Maximalwerte der Widerstandskraft bei ca. 70 N angesetzt. Die folgenden Versuche zeigen dieses Fehlverhalten.

5.1.1 GUR 1020, Versuchsreihe 1, gescheitert

Die Versuchsreihe mit GUR 1020 wurde als erster Testdurchlauf durchgeführt. Die Proben zeigten jedoch nicht das erwünschte Bruchverhalten. Nahezu alle Proben weisen keine Risse auf, sondern rutschten in den freien Raum zwischen Matrizenbohrung und Stempel und erzeugten durch Reibung trotzdem sehr hohe Widerstandskräfte, welche durch die Kraftmessdose im Kraft-Weg-Diagramm aufgezeichnet wurden.

Abbildung 33 zeigt eine der durchgerutschten Proben. Hier wurde die Probe nicht zerstört, sondern lediglich stark deformiert. Auch wird durch die auftretende Reibung zwischen Stempel und Probe trotzdem ein Kraftverlauf aufgezeichnet. Der Verlauf weist einen monotonen Anstieg ohne Unstetigkeit auf und erreicht ein Maximum um dann monoton abzusinken. Man kann keinen abrupten Kraftsprung erkennen. Die Kraft nimmt also stetig ab. Die Maschine bricht den Versuch bei einer zu geringen Kraftänderungsrate ab.

Versuchsergebnisse

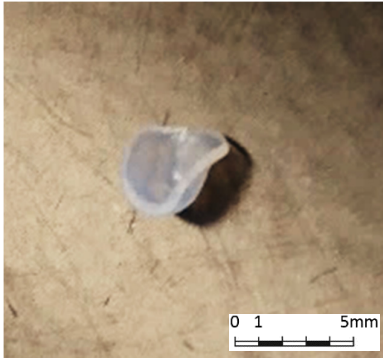


Abbildung 33: Durchgerutschte Probe, Fehlversuch Small Punch

Ein Beispiel für einen gescheiterten Small Punch-Verlauf zeigt Diagramm 2. Alle weiteren Versuchsergebnisse sind dem Anhang zu entnehmen, siehe Kapitel 8.6.2 *GUR 1020, Versuchsreihe 1, gescheitert*.

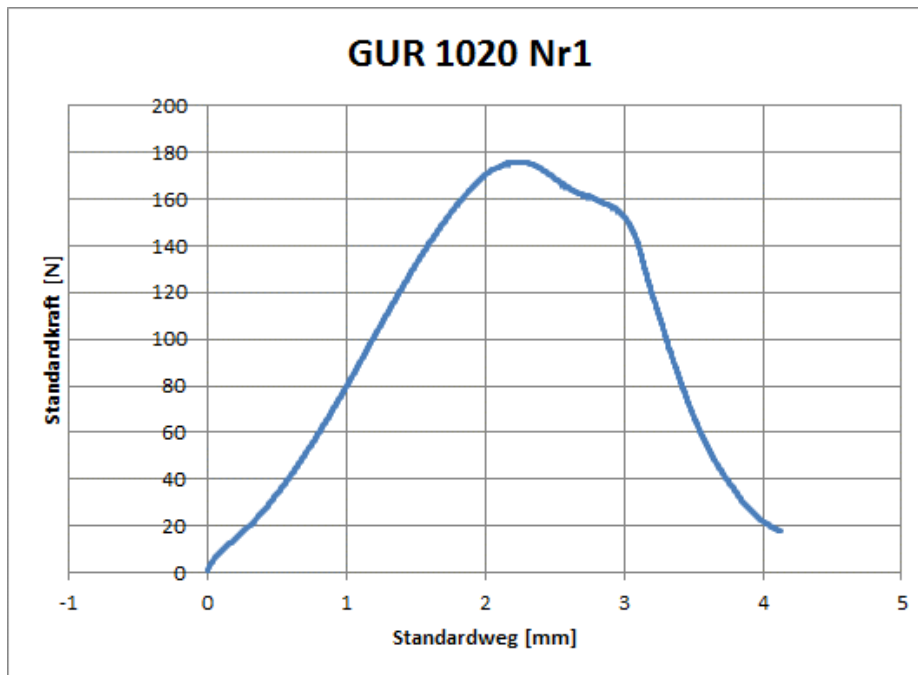


Diagramm 2: Small Punch GUR 1020 Nr.1, Versuchsreihe 1

In Diagramm 3 sind die Maximalkräfte der Proben aufgetragen.

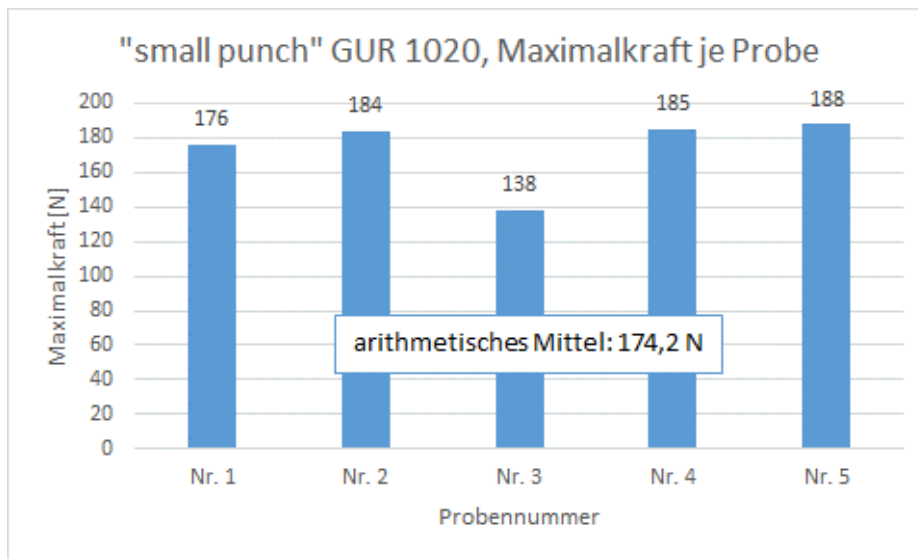


Diagramm 3: Small Punch-Versuch mit GUR 1020, Versuchsreihe 1, Maximalkräfte

Die Maximalkraft ist mit einem arithmetischem Mittelwert von 174,2 N sehr hoch, obwohl keine Brüche an den Proben aufgetreten sind. Die Standardabweichung beträgt 20,7 N. Jedoch ist keiner dieser Werte für eine Bewertung des Werkstoffes verwendbar. Es handelt sich um rein informative Aufzeichnungen. Dieses Fehlverhalten ist bei allen GUR 1020-Proben dieser Versuchsreihe zu beobachten. Der Small Punch-Versuch ist in diesem Fall somit gescheitert.

5.1.2 GUR 1050, Versuchsreihe 1, gescheitert

Als zweite Versuchsreihe wurde der Small Punch mit Proben aus GUR 1050 durchgeführt. Die Probenpräparation erfolgte analog zu der vorherigen GUR 1020-Versuchsreihe. Doch auch hier zeigte sich ein sehr ähnliches Verhalten. Die Proben rissen nicht und erzeugten durch das Einguetschen zwischen Matrizie und Stempel sehr hohe Reibkräfte, welche die verfälschten Verläufe, wie bei der GUR 1020-Versuchsreihe, generierten. In Diagramm 4 ist der Kraft-Weg-Verlauf der ersten Probe zu sehen. Der Kraftverlauf zeigt starke Ähnlichkeit zu den gescheiterten Ergebnissen der GUR 1020 Versuchsreihe.

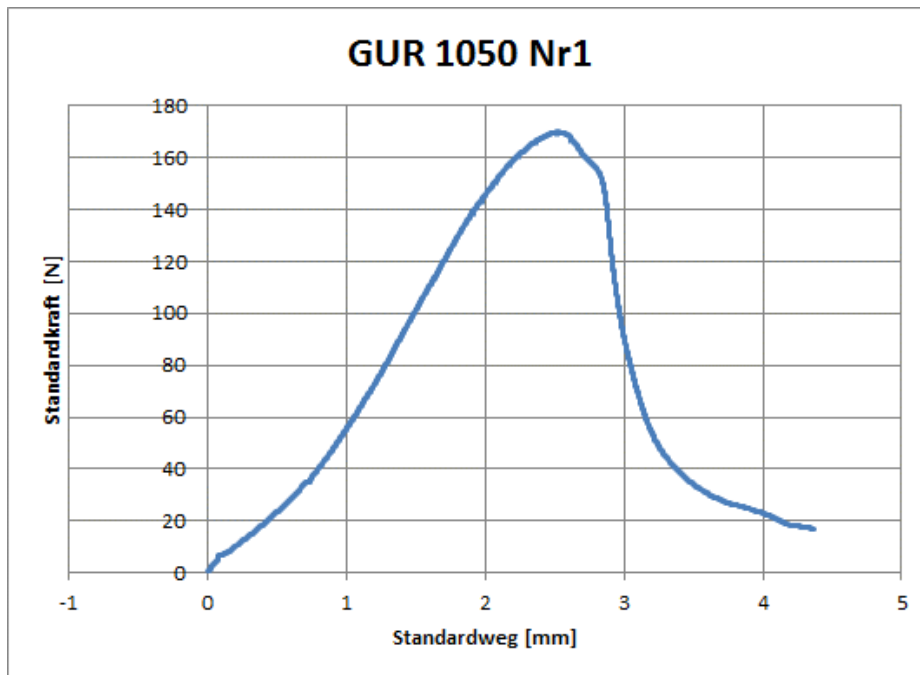


Diagramm 4: Small Punch, GUR 1050 Nr.1, Versuchsreihe 1

Die Diagramme der weiteren Versuche sind dem Anhang zu entnehmen, siehe Kapitel 8.6.1 *GUR 1050, Versuchsreihe 1, gescheitert*.

In Diagramm 5 sind die Maximalkräfte der Proben aufgetragen.

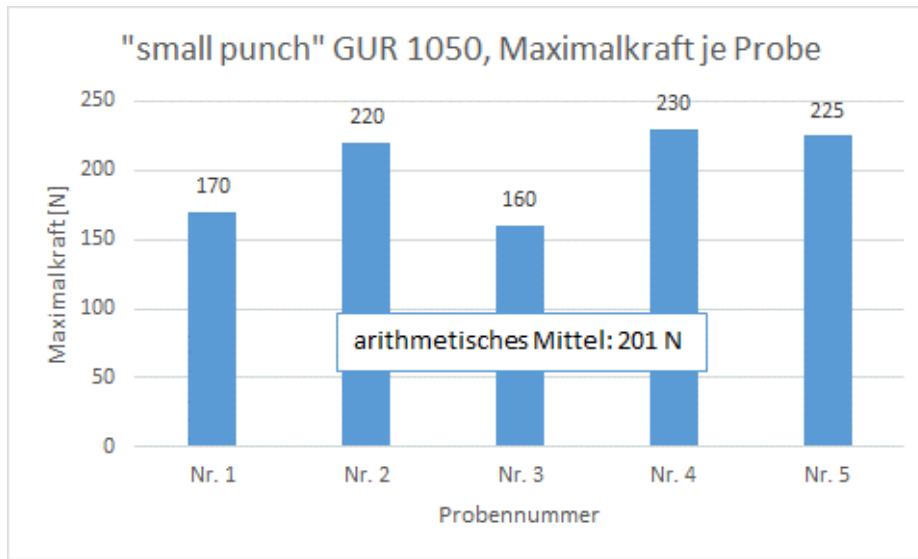


Diagramm 5: Small Punch-Versuch mit GUR 1050, Versuchsreihe 1, Maximalkräfte

Die Maximalkraft ist für die gesamte Versuchsreihe mit GUR 1050 mit einem arithmetischen Mittelwert von 201 N sehr hoch, obwohl erneut keine Brüche aufgetreten sind. Die Standardabweichung der Maximalkraftverteilung beträgt 33,2 N. Dieses Verhalten ist bei allen GUR 1050-Proben dieser Versuchsreihe zu beobachten.

Es ist anzumerken, dass diese beiden Versuchsreihen mit GUR 1020 und GUR 1050 als nicht aussagekräftig anzusehen sind. Sie geben keinerlei Informationen über die Festigkeitseigenschaften der Materialien, da die Proben nicht gerissen sind. Somit musste durch Änderung diverser Parameter oder Werkstoffspezifikationen eine Erklärung gefunden werden, wieso diese Versuche erfolglos waren obwohl die Anforderungen dem UHMWPE-Handbook entnommen wurden.

Eine Möglichkeit um einen Anwendungs- oder Konstruktionsfehler seitens der Prüfvorrichtung auszuschließen war, den Versuch mit einem anderen Material durchzuführen. Hierzu bot sich der HDPE-Werkstoff PE 100 an.

5.2 Small Punch mit PE 100, erfolgreich

Der Werkstoff PE 100 mit wesentlich kürzeren Molekülketten wurde herangezogen um den Versuch erneut zu starten.

Diagramm 6 zeigt den resultiert Kraft-Weg-Verlauf der Probe Nummer 2, welcher einem typischen Small Punch-Verlauf, laut Norm, entspricht und mit einer Maximalkraft von knapp

Versuchsergebnisse

49 N einen realistischen und erwartungsgemäßen Wert wiedergibt. Es stellte sich heraus, dass der Versuch bei einer PE 100 Probe funktioniert und realistische Ergebnisse wiedergibt.

Durchgeführt wurde dieser Versuch mit insgesamt 12 PE 100-Proben, siehe Anhang Kapitel 8.6.4 PE 100, erfolgreich.

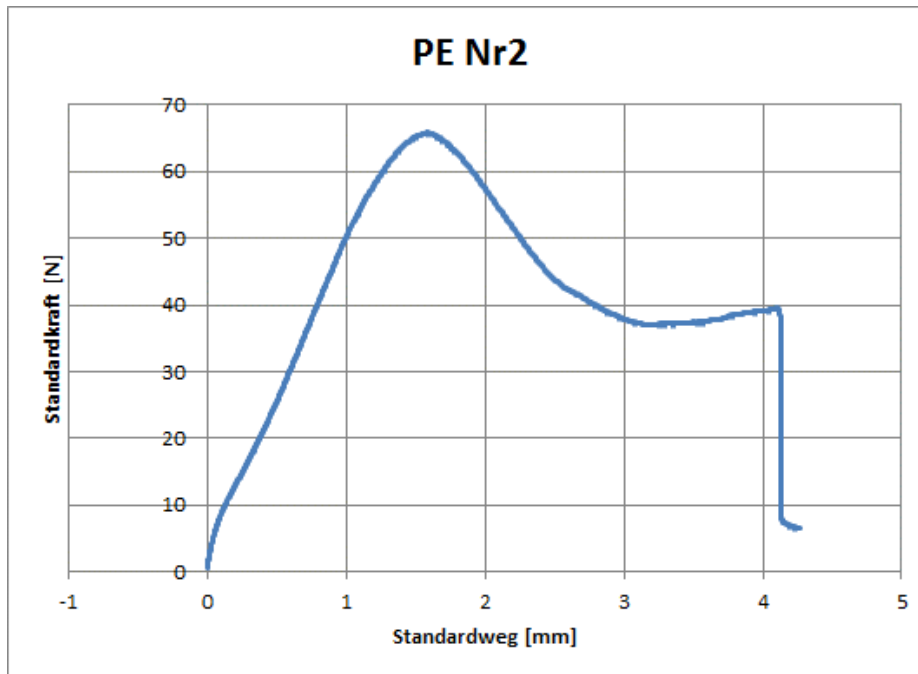


Diagramm 6: Small Punch, PE 100 Nr.2

In Abbildung 34 ist die zerstörte Probe nach dem Versuch zu sehen. Der Riss tritt mittig auf und die Probe weist normgerechte Deformationen auf. Nach dem Versuch lag die Probe in der Matrize und war nicht gequetscht und leicht herauszunehmen. Auch sollte beim Öffnen der Vorrichtung der Stempel nicht in die Matrize, daraus folgend auch in die Probe, gedrückt werden. Dies würde das Bruchbild unnötig verändern und den Riss verfälschen. Der Stempel soll optimaler Weise vor dem Lösen der Verschraubung vorsichtig herausgezogen werden.



Abbildung 34: Small Punch mit PE 100, Probe Nr.1

Versuchsergebnisse

In Abbildung 35 sind die weiteren Proben der Versuchsreihe mit PE 100 zu sehen. Alle weisen ein korrektes Bruchverhalten auf.

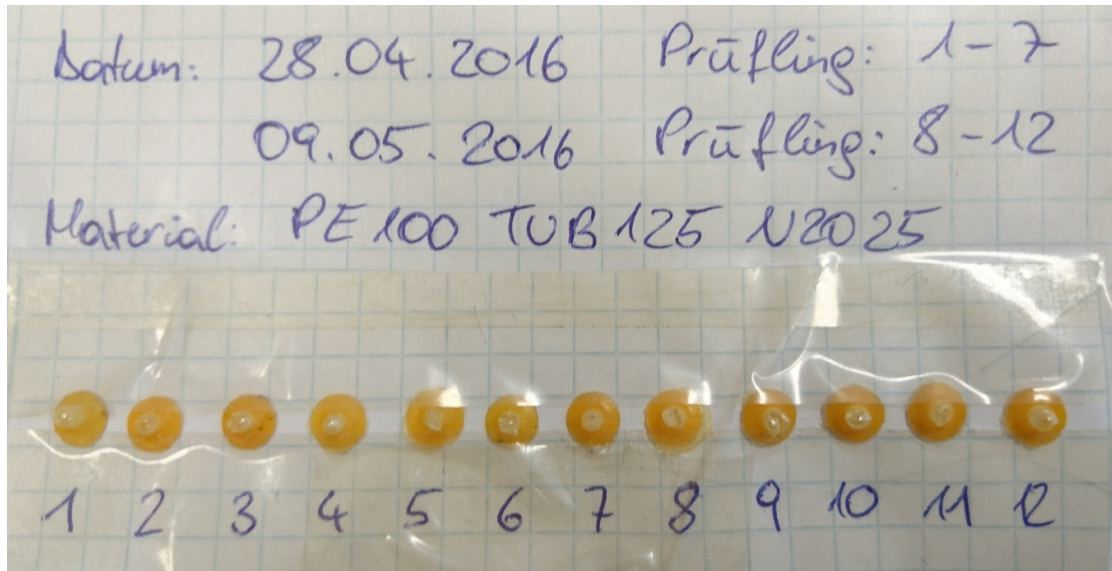


Abbildung 35: Small Punch mit PE 100, alle Proben

In Diagramm 7 ist eine Aufzeichnung aller durchgeführten Small Punch-Tests mit den erreichten Maximalkräften zu sehen. Man erkennt hier eine Durchgängigkeit der Versuchsergebnisse. Errechnet man das arithmetische Mittel der Maximalkräfte so erhält man 56,6 N. Die Standardabweichung beträgt hier 8,78 N. Die relativ geringen Maximalkräfte weisen, aufgrund der geringeren Festigkeit von PE 100 im Vergleich zu UHMWPE (die erwarteten Maximalwerte liegen hier laut Norm im Bereich von 70 N), realistischen Charakter auf und die geringe Standardabweichung ist auf eine bessere Prozesssicherheit als bei der Versuchsreihe 1 mit GUR 1020 und GUR 1050 zurückzuführen zu rechtfertigen.

Versuchsergebnisse

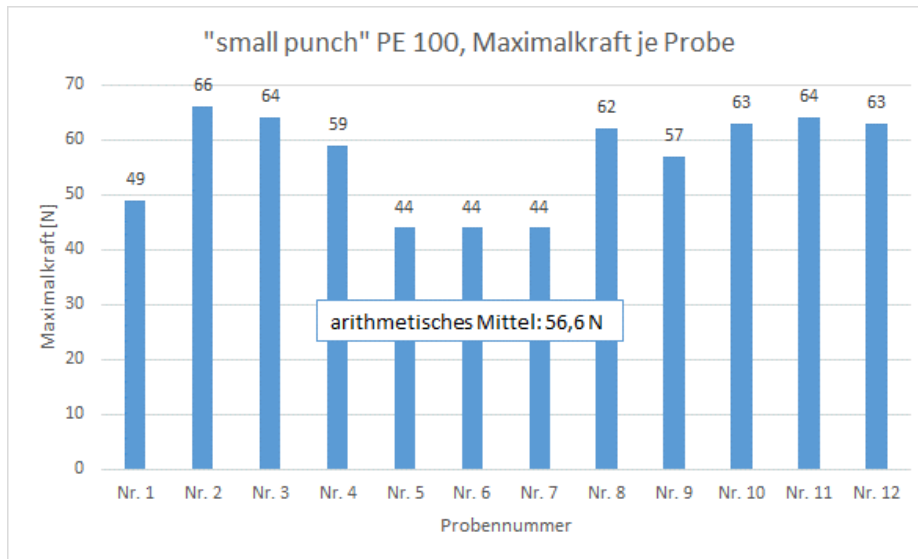


Diagramm 7: Small Punch-Versuch mit PE 100, Maximalkräfte

Anhand dieser Versuchsergebnisse wurde die Annahme getroffen, die Vorrichtung funktioniere und erfülle die Bedingungen aus dem UHMWPE-Handbook. Die Fehlerursachen für die vorher durchgeführten Fehlversuche unterliegen wahrscheinlich somit anderen Gründen. Hier kommen einerseits eine unzureichend genaue Probenfertigung oder diverse Werkstoffeigenschaften des vorliegenden UHMWPE, welche den Small Punch-Versuch erschweren würden, in Frage. Es wurde zunächst auf eine genauere Probenfertigung geachtet und eine erneute Versuchsreihe mit UHMWPE begonnen.

5.3 Small Punch mit GUR 1020 + Vitamin E, erfolgreich

Die Versuchsreihe mit GUR 1020 + Vitamin E wurde erneut mit den üblichen Methoden zur Probenpräparation gestartet. Jedoch wurde darauf geachtet, dass die Probe exakt mit der Oberkante der Führung abschließt. Hierzu wurde die Probe in die Führung, welche als eine Art Schablone diente, gelegt und mit Schleifpapier geschliffen. Somit wurde ein genaueres Maß erreicht als mit, dem Schleifprozess begleitendem, Nachmessen der Probe mit einer digitalen Schiebelehre (Genauigkeit: bis zu 10 µm). Des Weiteren wurde ein Augenmerk auf eine exakte Einhaltung des Durchmessers gelegt. Hier wurde auch per Hand nachgeschliffen um auf ein präzises Maß zu kommen welches genau in die Aufnahmenut der Führung passt.

Letztendlich wurde so die Versuchsreihe durchgeführt und, bezogen auf das Bruchbild, positive Ergebnisse erreicht. Alle Proben sind mittig gerissen und zeigen normgerechte Merkmale, siehe Abbildung 36.

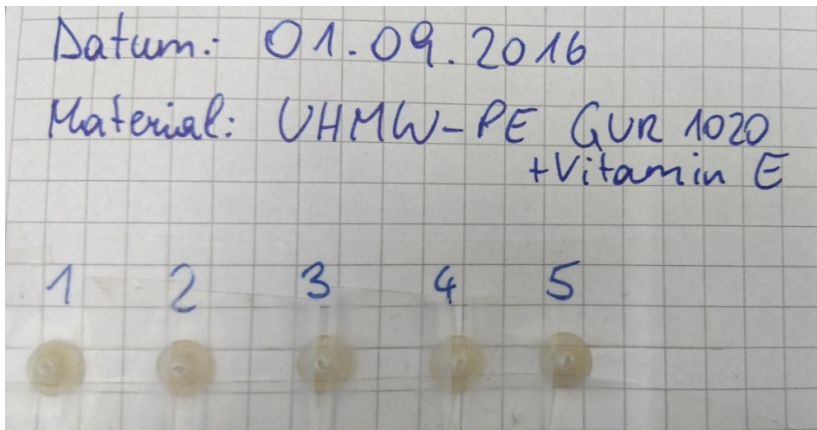


Abbildung 36 Small Punch mit GUR 1020 + Vitamin E, alle Proben

Jedoch weist der Kraft-Weg-Verlauf wenig Ähnlichkeit mit der Norm oder den PE 100 Ergebnissen auf. In Diagramm 8 ist der Verlauf der ersten GUR 1020 + Vitamin E -Probe dargestellt. Alle weiteren Versuchsergebnisse sind dem Anhang zu entnehmen, siehe Kapitel 8.6.3 *GUR 1020 + Vitamin E*. Es ist ein klarer Unterschied zu den Verläufen mit PE 100 Proben erkennbar, welche sehr dem Normverlauf entsprechen.

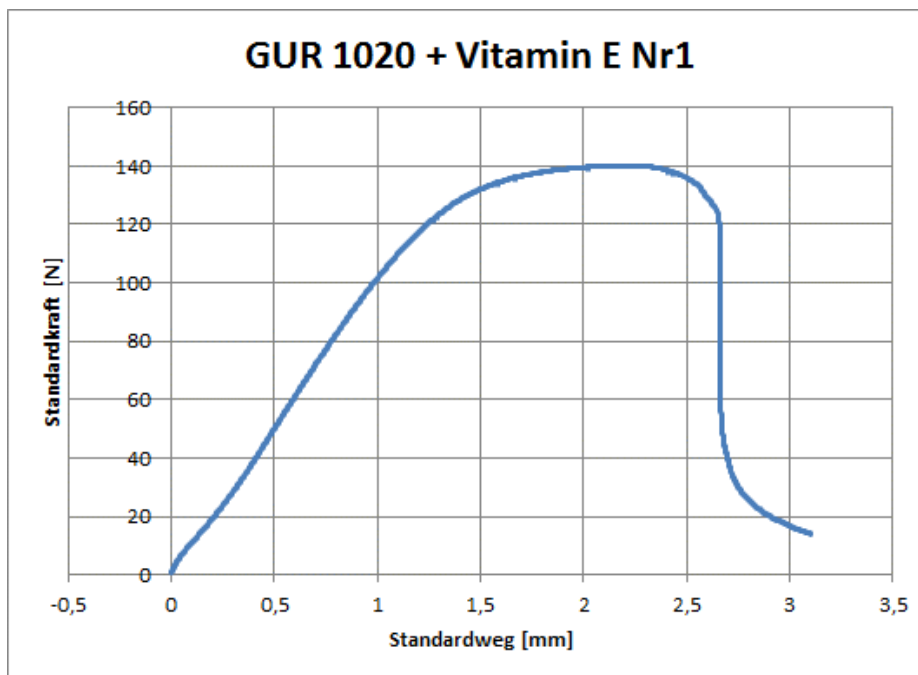


Diagramm 8: Small Punch, GUR 1020 + Vitamin E Nr.1

In Diagramm 9 sind die Maximalkräfte der Proben aufgetragen.

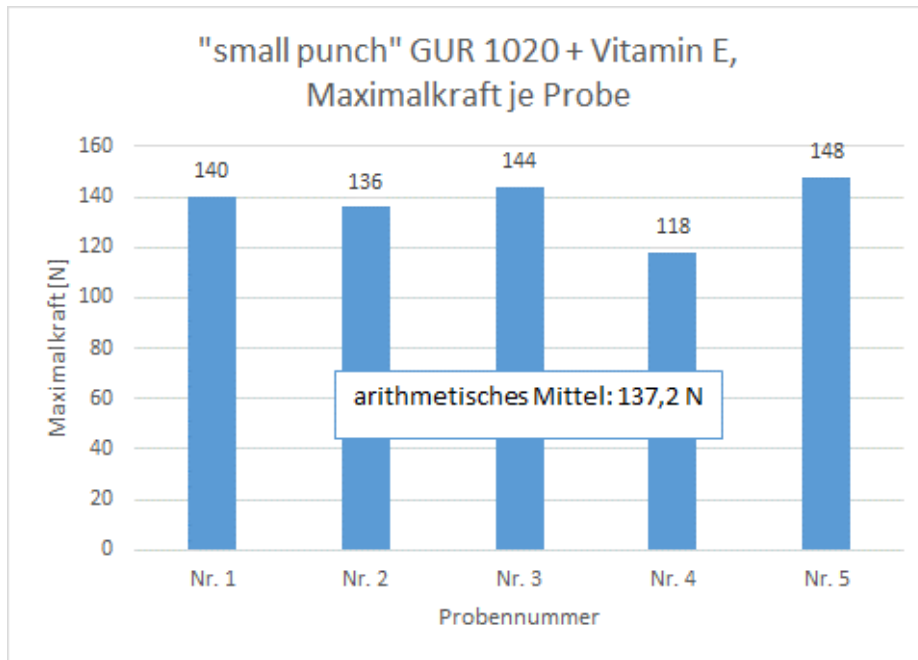


Diagramm 9: Small Punch-Versuch mit GUR 1020 + Vitamin E, Maximalkräfte

Auch die Maximalkraft ist mit einem arithmetischem Mittelwert von 137,2 N immer noch hoch. Die Standardabweichung beträgt 11,6 N und ist signifikant höher als bei PE 100.

5.4 Small Punch mit GUR 1020, gealtert, erfolgreich

Um mehr Aufschluss über das Verhalten von UHMWPE Werkstoffen allgemein, sowie der Versuchsmaterialien im Zuge dieser Masterarbeit, zu erhalten, wurden GUR 1020 Proben einem Alterungsprozess unterzogen. Hierzu werden fertig präparierte Proben in einem Ofen behandelt. Das GUR 1020 wurde bei einer konstanten Temperatur von 85 °C für insgesamt 6 Wochen lang gealtert. Anschließend wurden sie, aufgrund von möglichen Maß- und Formänderung während des thermischen Alterungsprozesses, nachbearbeitet um den Maßtoleranzen der Norm zu entsprechen. Die Alterung in diesem Temperaturbereich erzielt eine Versprödung des Materials. (1) Es wird vermutet, dass einer der Hauptprobleme für das Druchrutschen der Proben beim Versuch auf die hohe Zähigkeit des UHMWPE, vor allem GUR 1020, zurückzuführen ist.

Es wurden erneut Small Punch-Versuche durchgeführt die zu einem befriedigenden Ergebnis führen. Die Proben wurden mehrheitlich zerstört und entsprechen dem Bruchverhalten der Norm. In Diagramm 10 ist als Beispiel der Kraft-Weg-Verlauf der Probe Nr.1 dargestellt.

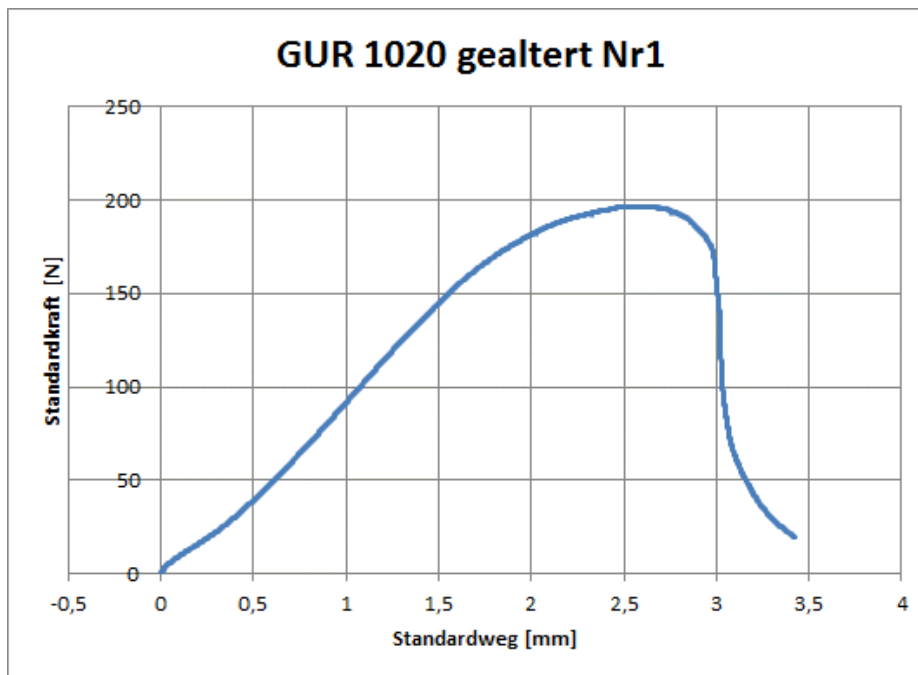


Diagramm 10: Small Punch, GUR 1020 gealtert Nr.1

Es besteht eine starke Ähnlichkeit zu den unbehandelten Proben. Es lässt sich aber kein eindeutiges Muster, bezogen auf Verlauf oder Maximalwerte, erkennen, welches auf die thermische Behandlung zurückzuführen wäre. Im Anhang, siehe Kapitel 8.6.5 *GUR 1020 gealtert, erfolgreich*, sind die weiteren Testverläufe zu sehen.

Diagramm 11 zeigt die erreichten Maximalkräfte der einzelnen Proben. Hier streuen die Werte zwischen 132 N und 195 N wobei das arithmetische Mittel bei 168,7 N liegt. Die Standardabweichung der Maximalkraftverteilung beträgt hier 24,4 N. Die Maximalkräfte streuen stärker als bei den vorherigen Versuchen mit GUR 1020 + Vitamin E und PE 100.

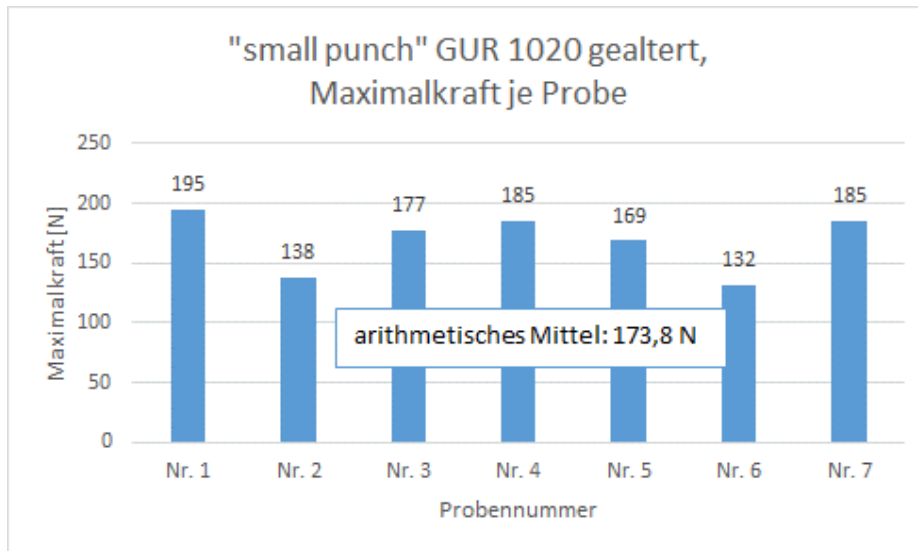


Diagramm 11: Small Punch-Versuch mit GUR 1020 gealtert, Maximalkräfte

In Abbildung 37 sind die geprüften Proben dargestellt, welche fast alle gerissen sind und einem korrekten Bruchverhalten entsprechen. Lediglich Probe Nummer 2 rutschte durch und wird somit für das arithmetische Mittel und die Standardabweichung der Maximalkräfte aus der Wertung genommen.

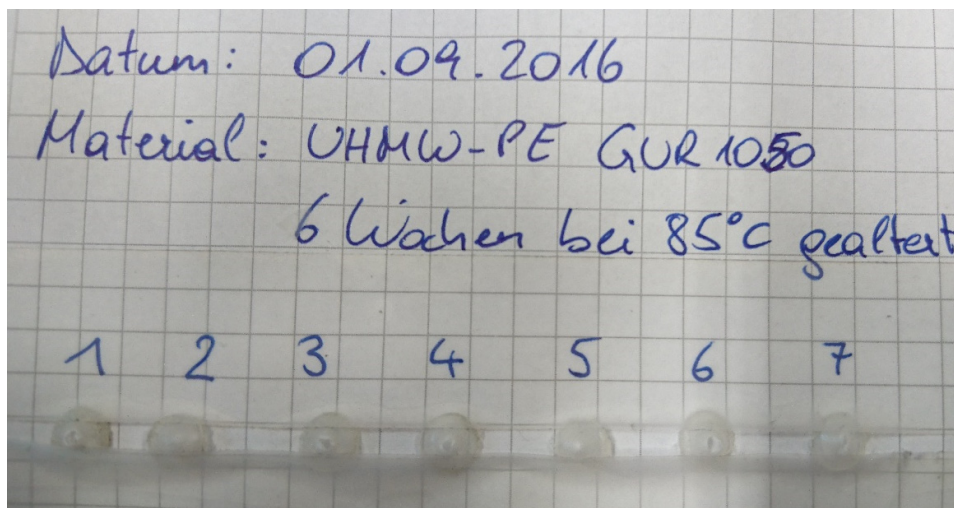


Abbildung 37: Small Punch, geprüfte Proben aus gealtertem GUR 1020

Die gealterten GUR 1020 zeigen ein durchgängiges Bruchverhalten, der Versuch lässt sich reproduzieren. Ob dieses Verhalten auf die Alterung oder die genaue Probenpräparation zurückzuführen ist, soll anhand einer neuen Versuchsreihe mit GUR 1050 ermittelt werden.

5.5 Small Punch mit GUR 1050, Versuchsreihe 2, erfolgreich

Mit den neu gewonnenen Informationen aus den vorhergehenden Versuchen mit gealtertem GUR 1020 und GUR 1020 + Vitamin E wurde auch mit GUR1050 eine erneute Versuchsreihe gestartet. Es wurde erneut ein besonderes Augenmerk der Probenpräparation gewidmet. Alle sechs Proben wurden zerstört und entsprechen dem Bruchverhalten aus der Norm. Es sind keine Unauffälligkeiten zu beobachten. Jedoch weichen die Kraft-Weg-Diagramme erneut von den Verläufen der Norm ab und die Maximalwerte der Kraft erreichen erneut sehr hohe Werte.

In Diagramm 12 ist als Beispiel der Kraft-Weg-Verlauf der Probe Nr.2 dargestellt. Im Anhang, siehe Kapitel 8.6.6 *GUR 1050, Versuchsreihe 2, erfolgreich*, sind die weiteren Testverläufe zu sehen.

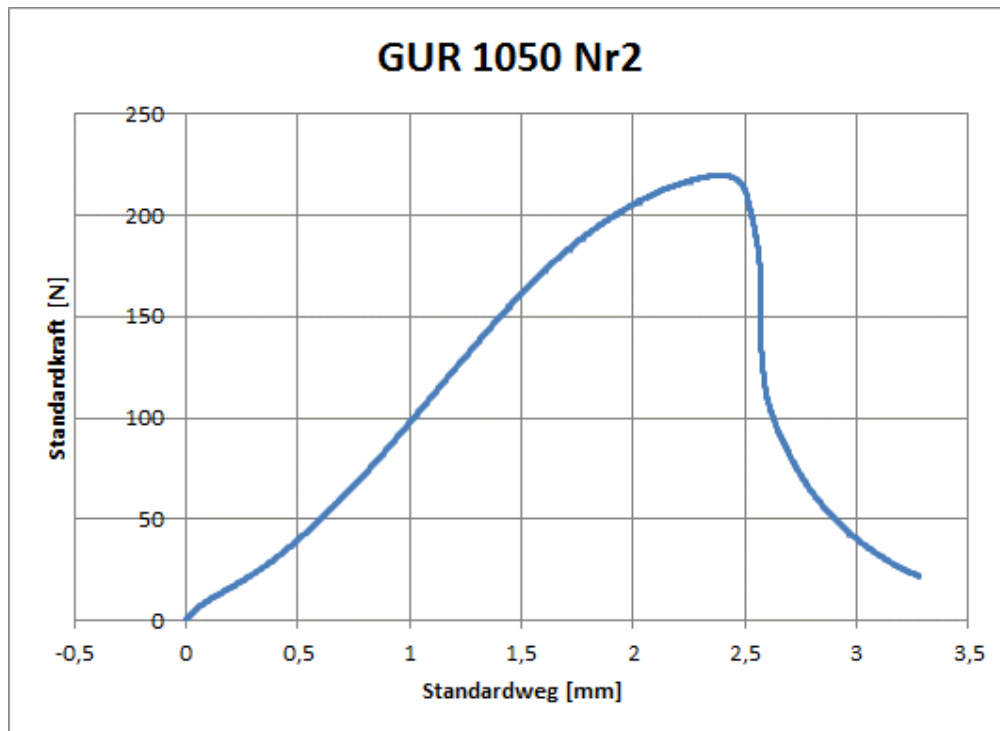


Diagramm 12: Small Punch, GUR 1050 Nr.2, Versuchsreihe 2

Diagramm 13 zeigt die erreichten Maximalkräfte der einzelnen Proben. Hier streuen die Werte zwischen 188 N und 231 N wobei das arithmetische Mittel bei 207,9 N liegt. Die Standardabweichung beträgt 17,6 N.

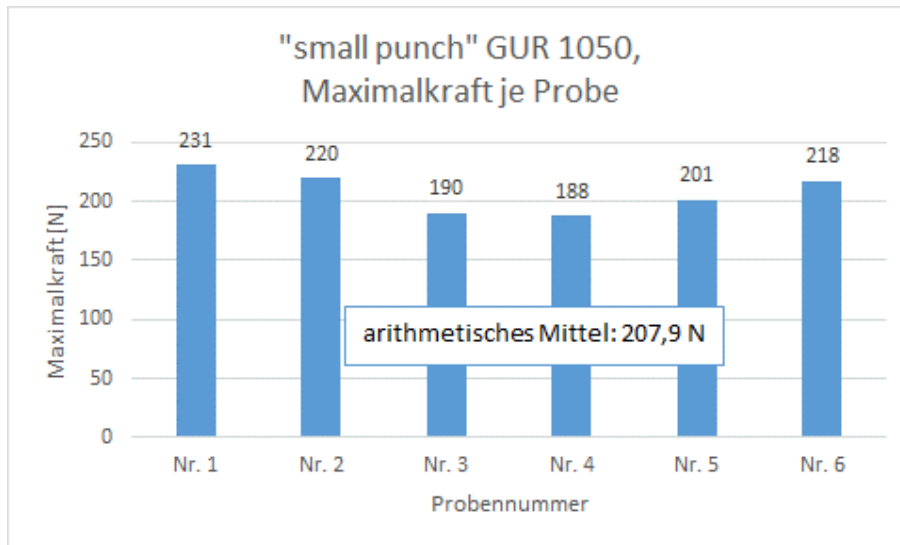


Diagramm 13: Small Punch-Versuch mit GUR 1050, Versuchsreihe 2, Maximalkräfte

In Abbildung 38 sind die geprüften Proben dargestellt, welche alle gerissen sind und einem korrekten Bruchverhalten entsprechen.

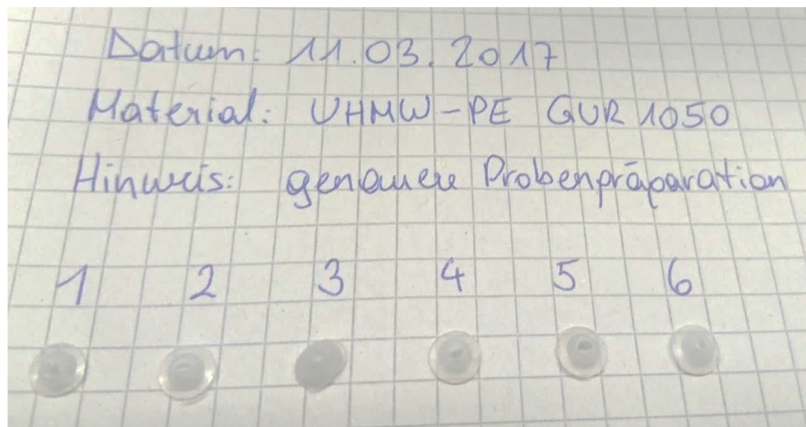


Abbildung 38: Small Punch, geprüfte Proben aus GUR 1050, Versuchsreihe 2

Es zeichnet sich eine Durchgängigkeit im Versuchsverlauf sowie den Maximalkräften zwischen den Versuchen untereinander ab, jedoch ist nicht klar ob dadurch auch eine sinnvolle und realistische Aussage über die Festigkeitseigenschaften der UHMWPE-Materialien, sei es auch nur ein Vergleich der Probenergebnisse zueinander, möglich ist. Des Weiteren galt es noch zu erklären, wieso die Versuchsergebnisse der PE 100-Proben sehr wohl den Erwartungen laut Norm entsprechen. Kraft-Weg-Verläufe sowie Maximalkräfte sind durchgängig und vergleichbar mit den Normvorgaben.

5.6 Small Punch mit GUR 1020, Versuchsreihe 2, gescheitert

In der Hoffnung mit einer genauen Probenpräparation, analog zur zweiten Versuchsreihe mit GUR 1050, erfolgreiche Ergebnisse zu bekommen, wurde eine erneute Versuchsreihe mit GUR 1020 gestartet.

Jedoch wurde trotz genauer Probenpräparation keine einzige Probe erfolgreich zerstört. Alle Proben sind zwischen der Matrizenbohrung und dem Stempel gerutscht und eingeklemmt worden. Der Small Punch Versuch ist hier an allen 11 Proben gescheitert. Eine Auswertung wird hier somit nicht durchgeführt und es wird auch auf die Versuchsdiagramme im Anhang verzichtet, da diese ohne nicht aussagekräftig sind. Diagramm 14 zeigt einen der gescheiterten Versuchsverläufe. Es wird eine, verglichen mit den erfolgreichen GUR 1050 Tests, ungewöhnlich hohe Maximalkraft von ca. 350 N erreicht, welche auf die Reibkräfte, welche durch die Quetschung der Probe in der Vorrichtung entstehen, zurückzuführen sind.

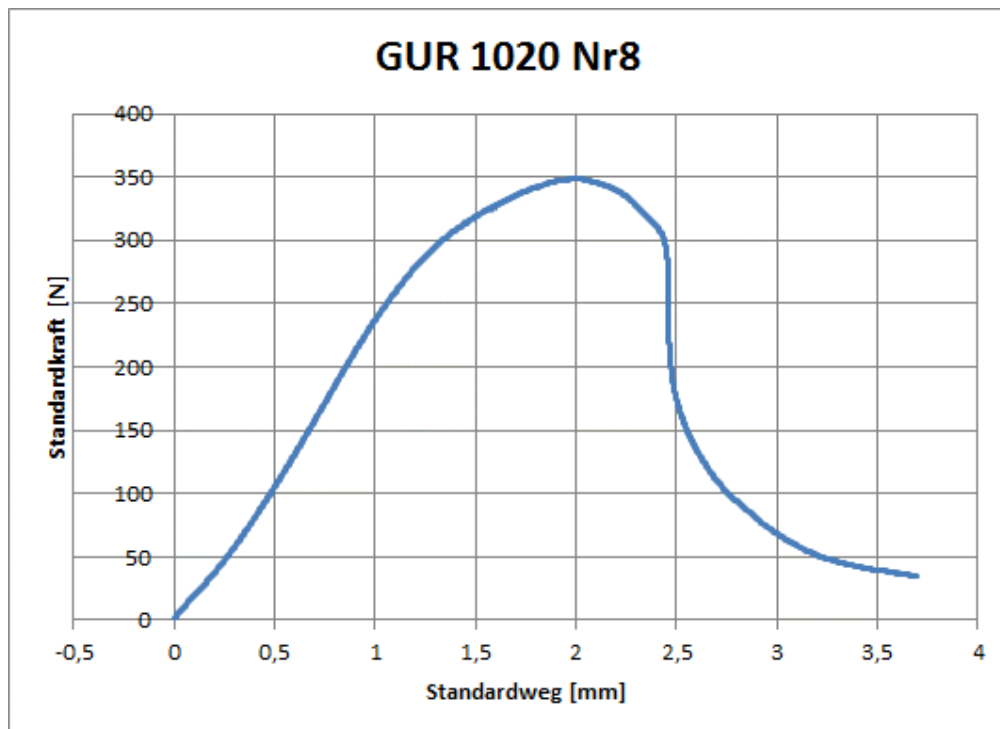


Diagramm 14: Small Punch, GUR 1020 Nr.8, Versuchsreihe 2

In Abbildung 39 zeigt die geprüften Proben. Man erkennt deutlich, dass die Proben stark deformiert, aber nicht gerissen sind. Es wurde keine einzige Probe zerstört.

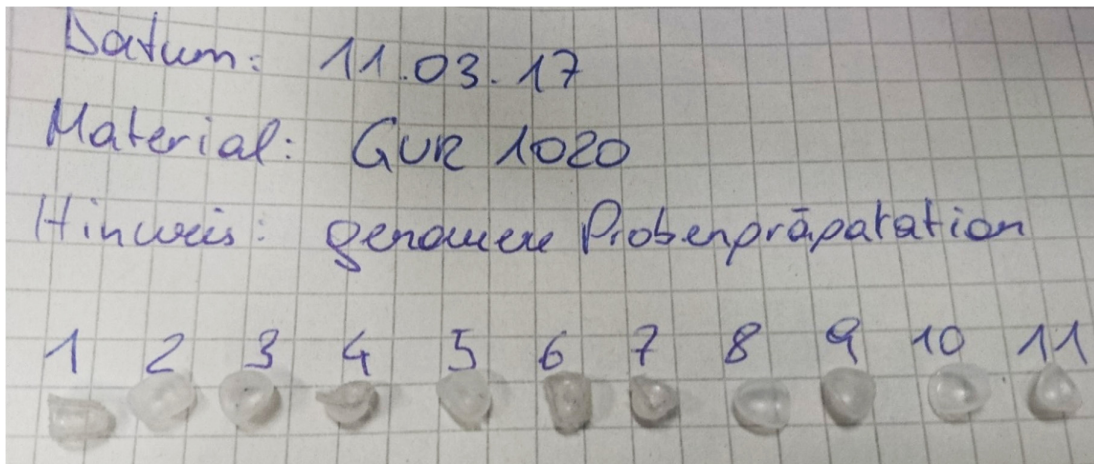


Abbildung 39: Small Punch, geprüfte Proben aus GUR 1020, Versuchsreihe 2

Sowohl die Versuchsreihe 1, als auch die Versuchsreihe 2 mit GUR 1020 lieferten keine verwertbaren Ergebnisse. Die Versuche sind als gescheitert einzustufen. Es ist nicht möglich mit der vorhandenen Small Punch-Vorrichtung GUR 1020 Proben, welche keiner Alterungsmaßnahmen unterzogen wurden, zu prüfen. Auch nach genauer Probenpräparation wurde kein Erfolg erzielt. Somit ist abschließend zu bestätigen, dass sich die im Zuge dieser Arbeit gefertigten Small Punch-Applikation nicht für das Prüfen von gewöhnlichem GUR 1020 eignet. Eine nötige Prozesssicherheit und Erfolgsgarantie ist hier keinesfalls gegeben.

5.7 Zugversuch

Eine Möglichkeit um mehr Aufschluss über die Unterschiede von mechanischen Eigenschaften zwischen PE 100 und UHMWPE zu erlangen, stellt der Zugversuch dar. Die Idee war Zugproben aus PE 100 und UHMWPE mittels Zugversuch zu prüfen und die Messergebnisse zu vergleichen.

Grundsätzlich werden Zugversuche an Kunststoffen nach bestimmten Normen durchgeführt, um eine Vergleichbarkeit zwischen den Ergebnissen zu gewährleisten. Sowohl die Norm ISO 527 (16) als auch ASTM D 638 (17) legen die Prüfparameter, Probenspezifikationen, Umgebungsbedingungen und Auswertmethoden der Prüfergebnisse für den Zugversuch fest. Bei Kunststoffen sind speziell die Herstellverfahren, Probenpräparation und vor allem auch die Probengeometrie (speziell der Querschnitt) von großer Bedeutung für das Ergebnis. Kleine Abweichungen hinsichtlich dieser Parameter liefern nur bedingt vergleichbare Ergebnisse. Eine klare Forderung um Werkstoffkennwerte zu vergleichen ist, dass die Prüfparameter innerhalb einer Versuchsreihe einheitlich gehalten werden müssen bzw. für die Vergleichbarkeit mit externen Werkstoffkennwerten aus diverser Literatur die

Prüfbedingungen dementsprechend angepasst werden müssen. (17) Es ist anzumerken, dass bei den hier durchgeführten Zugversuchen nicht unter Normbedingungen geprüft wurde. Auch ist nicht genau bekannt unter welchen Parametern die Werkstoffkennwerte ermittelt wurden wodurch eine Vergleichbarkeit mit der Spezifikation nicht gewährleistet ist. Diese Zugversuchsreihe diente nur zur Vergleichbarkeit zwischen den im Zuge dieser Masterarbeit zu prüfenden Materialien GUR 1020 und PE 100.

Aus dem Ausgangsmaterial (Granulat bei PE 100 und Quaderstücke analog zur Small Punch-Probenherstellung bei UHMWPE) wurden erneut Platten gepresst, welche jedoch für den Zugversuch eine Dicke von 1mm aufweisen. Hierzu wurde derselbe thermische Pressprozess wie bei der Small Punch-Probenpräparation verwendet, jedoch mit Zuhilfenahme von Schablonen mit einer Dicke von 1 mm. Anschließend wurden Zugversuchsproben ausgestanzt, welche einen Probenquerschnitt von 1mm x 2mm aufwiesen.

Als UHMWPE-Werkstoff wurde für den Zugversuch GUR 1020 verwendet. Abbildung 40 zeigt die fertig ausgestanzte Probe für PE 100.

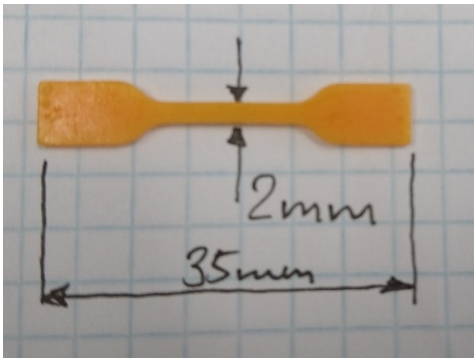


Abbildung 40: PE 100 Probe mit einer Dicke von 1mm für den Zugversuch

In Abbildung 41 ist die in der Prüfmaschine eingespannte Probe dargestellt.

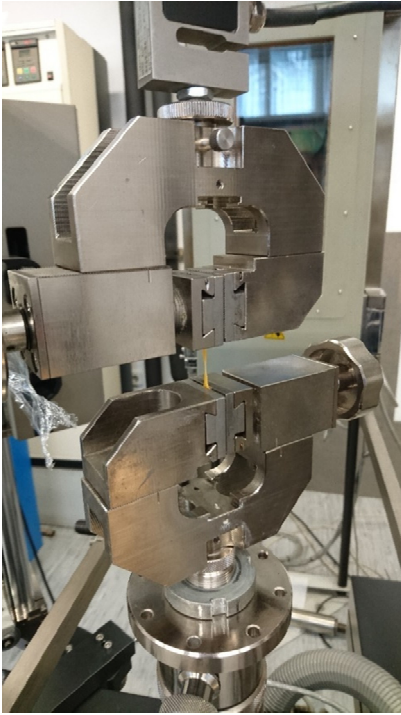


Abbildung 41: Eingespannte Zugprobe, PE 100

5.7.1 Zugversuch mit PE 100

In Diagramm 15 ist eines der Spannungs- Dehnungsdiagramme der PE 100–Proben zu sehen. Die tatsächliche Probengeometrie entspricht hier einem Rechteckquerschnitt mit den Seitenlängen 0,9mm x 1,97mm.

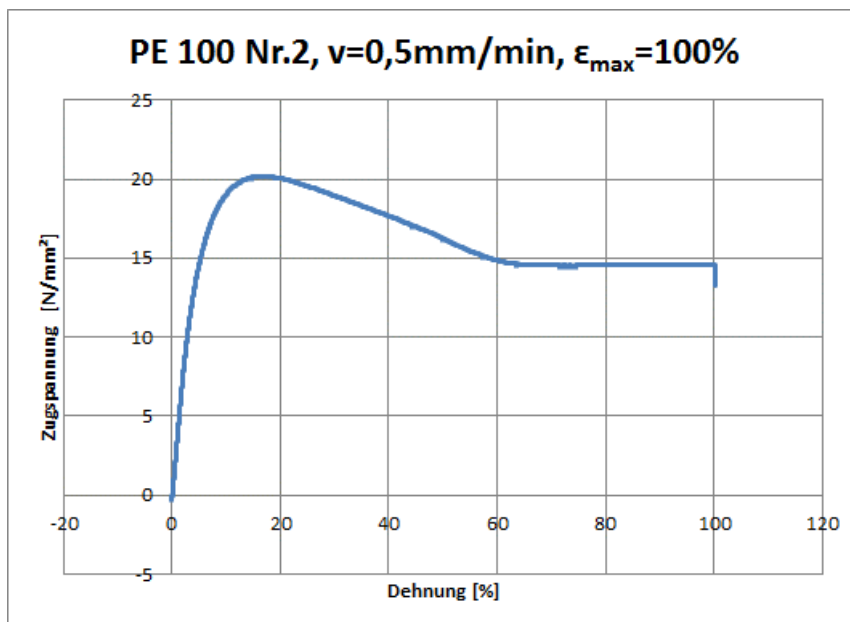


Diagramm 15: Zugversuch, PE 100 Nr.2, v=0,5mm/min, bis 100% Dehnung

Für den Vorschub entlang der Zugrichtung wird eine Geschwindigkeit von 0,5 mm/min gewählt. Bei einer Dehnung von 100% wird der Versuch auf Anweisung der Betreuer abgebrochen. Grund dafür ist die relativ hohe Duktilität von PE 100, welche den Versuch unnötig in die Länge ziehen würde ohne weitere nützliche Informationen zu liefern. Wichtig ist das erste Maximum im Diagrammverlauf. Der hier erhaltene Festigkeitswert soll mit dem des UHMWPE verglichen werden.

Die erreichte Streckgrenze (das erste Maximum im Verlauf) liegt hier bei ca. 24 N/mm². Diagramm 16 zeigt einen Zugversuch bei gleicher Dehnrates aber ohne Abbruch bei einer Dehnung von 100%. Man erkennt einen erneuten Anstieg im Verlauf ab einer Dehnung von ca. 500%. Der Verlauf steigt an und erreicht eine Zugfestigkeit von ca. 37 N/mm².

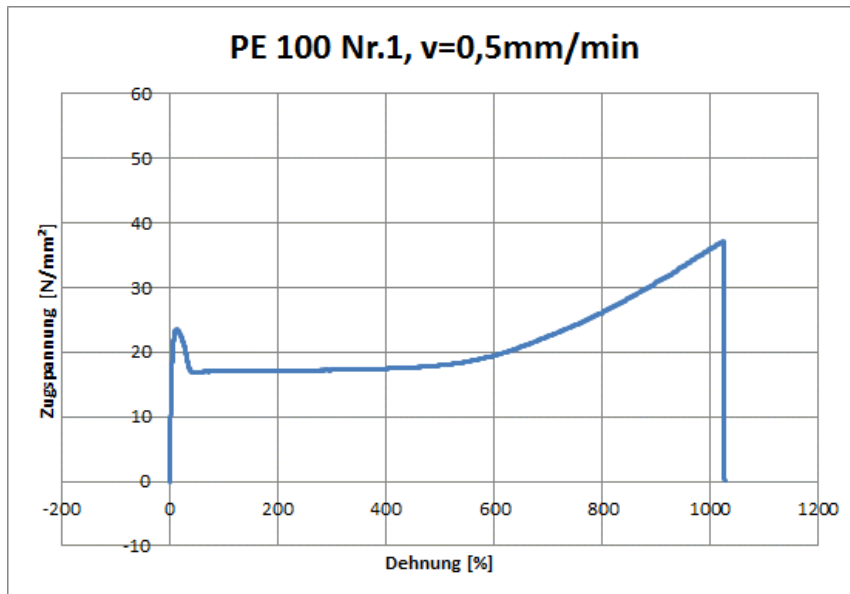


Diagramm 16: Zugversuch, PE 100 Nr.1, v=0,5mm/min

Dieser Anstieg des Verlaufes im Zugversuch ist typisch für HDPE, welcher durch die aus der uniaxialen Verformung resultierenden erhöhten Orientierung der Polymerketten und die infolge dessen entstehenden Kaltverfestigung des Materials begründet wird.

Im Vergleich dazu zeigt Diagramm 17 einen Zugversuch mit einer erhöhten Dehnrates von v=10mm/min.

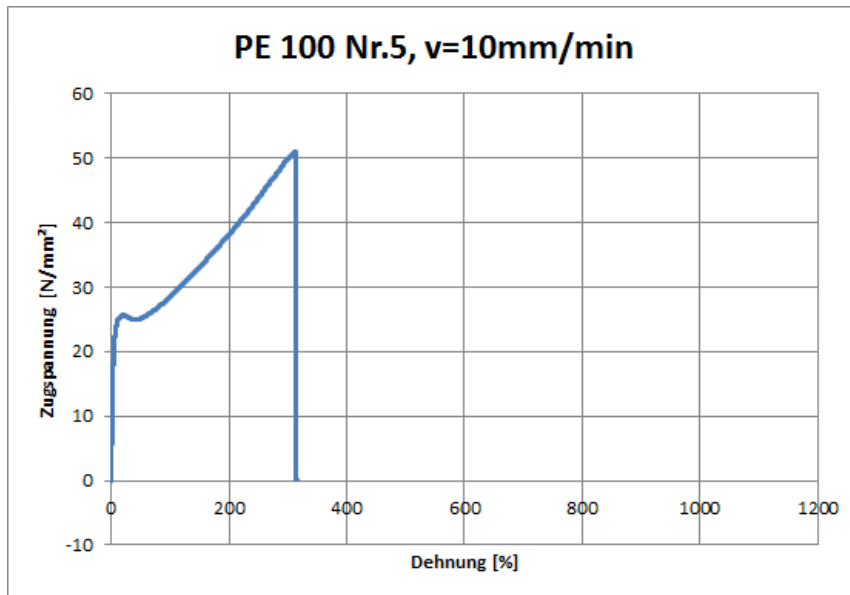


Diagramm 17: Zugversuch, PE 100 Nr.5, v=10mm/min

Grund für die Erhöhung der Dehnrates, wie in Diagramm 18, sowie der Verkürzung des Versuches durch einen Abbruch bei 100%, siehe Diagramm 15, war die Verkürzung der Versuchsdauer. Die Versuche zeigen trotz der unterschiedlichen Verläufe eine Durchgängigkeit bei den Werten für die Streckgrenze. Für den Vergleich zu UHMWE wird auch nur diese herangezogen.

In Diagramm 15 sind die Streckgrenzen aller zuggeprüften PE 100-Proben, abzulesen.

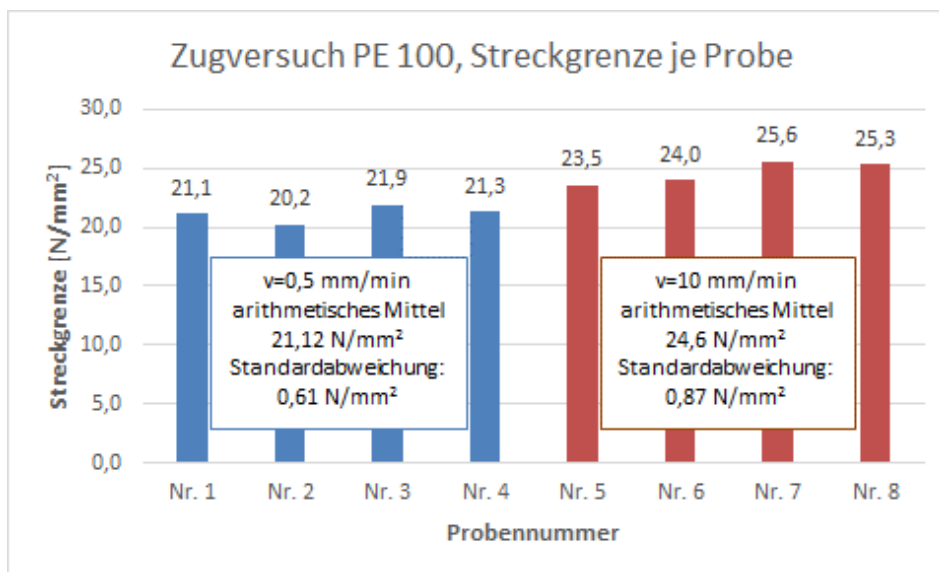


Diagramm 18: Zugversuch mit PE 100, Streckgrenzen

Die erreichten Streckgrenzen streuen zwischen $20,2 \text{ N/mm}^2$ und $25,6 \text{ N/mm}^2$ mit einem arithmetischen Mittel von $21,12 \text{ N/mm}^2$ und einer Standardabweichung von $0,61 \text{ N/mm}^2$ bei einer Vorschubgeschwindigkeit von $v=0,5 \text{ mm/min}$ und einem arithmetischen Mittel von $24,6 \text{ N/mm}^2$ und einer Standardabweichung von $0,87 \text{ N/mm}^2$ bei einer Vorschubgeschwindigkeit von $v=10 \text{ mm/min}$. Die restlichen Verläufe sind dem Anhang zu entnehmen, siehe Kapitel 8.7 *Versuchsergebnisse, Zugversuch*.

Die Spezifikation aus dem Datenblatt im Anhang, siehe Kapitel 8.2 *Datenblatt PE 100*, gibt eine Streckgrenze von 25 N/mm^2 für PE 100 an. Dieser Wert wurde bei der Versuchsreihe mit der Vorschubgeschwindigkeit von $v=10 \text{ mm/min}$ gut erreicht. Bei der zweiten Versuchsreihe ($v=0,5 \text{ mm/min}$) liegt das arithmetische Mittel mit $21,12 \text{ N/mm}^2$ etwas darunter, womit klar ersichtlich wird, dass die geänderten Prüfbedingungen einen signifikanten Einfluss auf die Ergebnisse haben. Die Standardabweichungen beider Tests liefern geringe Werte und zeigen, dass die Versuchsergebnisse positiverweise eine niedrige Streuung aufweisen. Es ist erneut darauf hinzuweisen, dass die Prüfbedingungen aus der Werkstoffspezifikation nicht bekannt sind und somit keine direkte Vergleichbarkeit gewährleistet ist.

5.7.2 Zugversuch mit GUR 1020

Selber Versuch wurde auch am UHMWPE-Werkstoff GUR 1020 durchgeführt. Diagramm 19 zeigt die erste geprüfte Probe.

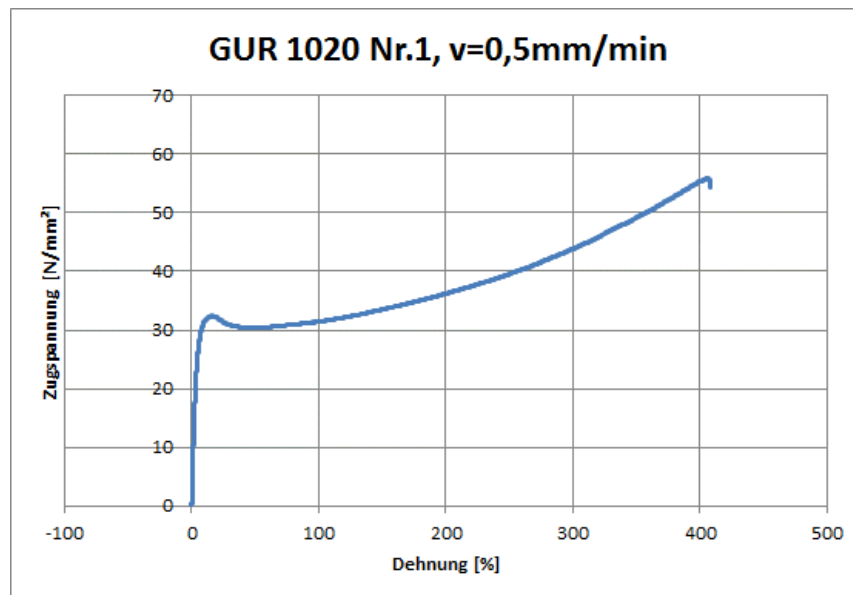


Diagramm 19: Zugversuch, GUR 1020 Nr.1, $v=0,5 \text{ mm/min}$

Erneut wurde eine Dehnrates von $v=0,5\text{mm/min}$ eingestellt und bis zum Bruch geprüft. Als Vergleich wurde auch wieder ein Versuch mit einer Dehnrates von $v=10\text{mm/min}$ durchgeführt, welcher in Diagramm 20 zu sehen ist.

Alle weiteren Versuchsdiagramme sind dem Anhang unter Kapitel 8.7.5 *GUR 1020, Dehnrates: 0,5mm/min* und Kapitel 8.7.6 *GUR 1020, Dehnrates: 10mm/min*.

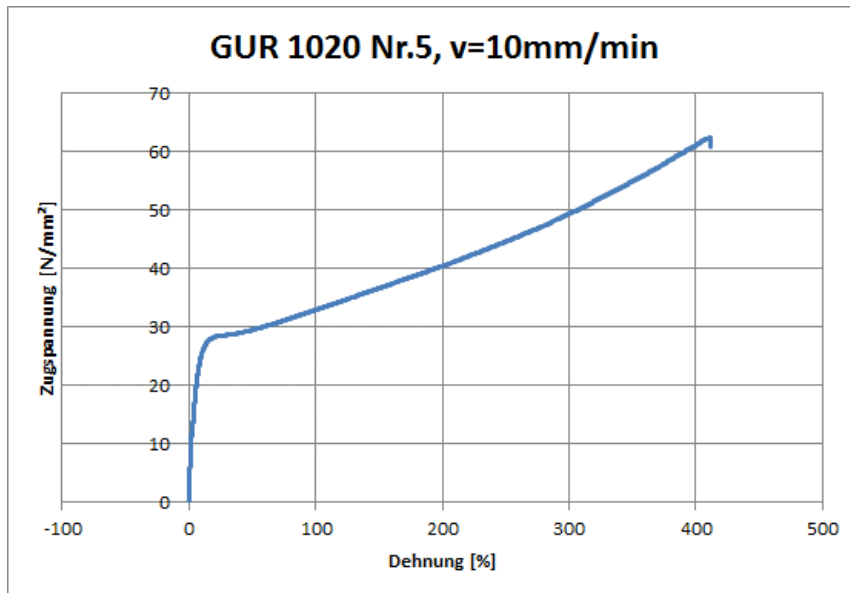


Diagramm 20: Zugversuch, GUR 1020 Nr.5, $v=10\text{mm/min}$

Erneut ist ein Unterschied im Verlauf des Diagramms zu sehen, welcher durch die unterschiedlichen Dehnrates zu erklären ist. Die Streckgrenzen jedoch zeigen wieder eine Durchgängigkeit und können hier mit den PE 100-Versuchen verglichen werden. Die erreichten Streckgrenzen streuen zwischen $20,2\text{ N/mm}^2$ und $25,6\text{ N/mm}^2$ mit einem arithmetischen Mittel von $21,12\text{ N/mm}^2$ und einer Standardabweichung von $0,61\text{ N/mm}^2$ bei einer Vorschubgeschwindigkeit von $v=0,5\text{mm/min}$ und einem arithmetischen Mittel von $24,6\text{ N/mm}^2$ und einer Standardabweichung von $0,87\text{ N/mm}^2$ bei einer Vorschubgeschwindigkeit von $v=10\text{mm/min}$.

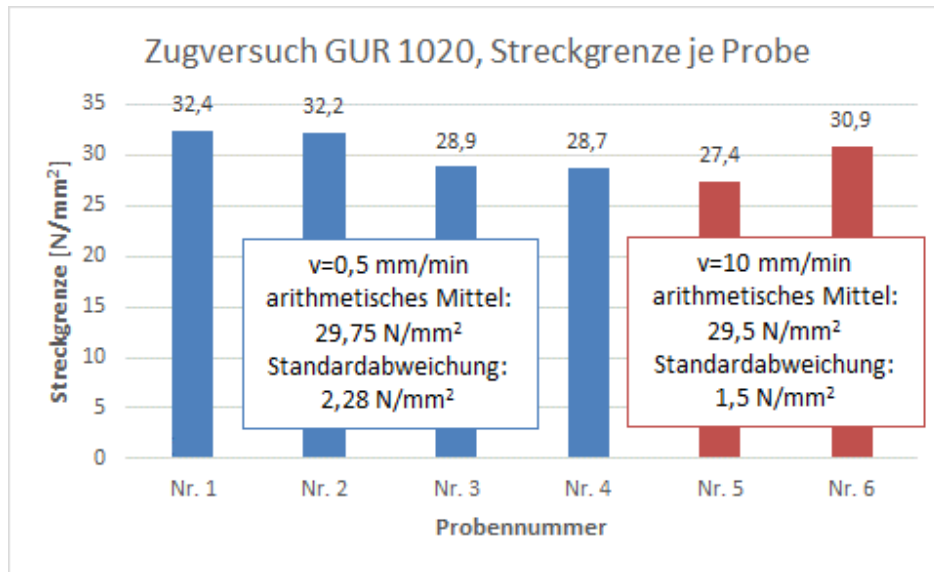


Diagramm 21: Zugversuch mit GUR 1020, Streckgrenzen

Zu erwarten sind laut Tabelle 2 Streckgrenzen von ca. 22 N/mm² für diesen UHMWPE-Werkstoff. Dieser Wert wird hier bei beiden Versuchsmethoden um ca. 35 % überschritten. Eine verhältnismäßige Abweichung aufgrund von unterschiedlichen Prüfbedingung ist zu erwarten, jedoch handelt es sich hier um eine auffällig hohe Überschreitung des Vorgabewertes.

Vergleicht man die Ergebnisse der beiden Versuchsreihen so erkennt man einen Unterschied in der Streckgrenze zwischen PE 100 und GUR 1020. Das geprüfte PE 100 hat eine um ca. 25% geringere Streckgrenze als GUR 1020.

5.8 Zusammenfassung der Versuchsergebnisse

Untenstehende Tabelle 5 listet alle durchgeführten Small Punch-Versuche mit deren erreichten Maximalwerten des Kraftverlaufes auf. Aussagekräftig sind rein die Versuche mit erfolgreich gebrochenen Proben, also klar ersichtlichem Riss in der Mitte der Probe nach dem Versuch. Alle grau hinterlegten Felder zeigen die gescheiterten Versuche, welche nicht zur Festigkeitsbewertung des Materials herangezogen werden dürfen. Die Darstellung der Messergebnisse der gescheiterten Versuchsreihen dient rein informativen Zwecken und hat keinen qualitativen Wert.

Tabelle 5: Vergleich der Maximalkräfte aller Small Punch-Versuche (ungültige Ergebnisse in grau)

Material → Nr. ↓	GUR 1050 Versuchs- reihe 1	GUR 1020 Versuchs- reihe 1	GUR 1020 + Vitamin E	PE 100	GUR 1020 gealtert	GUR 1050 Versuchs- reihe 2
1	169,8 N	176,0 N	140,2 N	48,8 N	196,8 N	231 N
2	216,8 N	186,7 N	135,6 N	65,9 N	136,6 N	220 N
3	160,8 N	136,4 N	144,3 N	63,5 N	175,0 N	190 N
4	231,0 N	187,7 N	117,1 N	59,4 N	185,0 N	188 N
5	226,5 N	189,4 N	147,2 N	47,2 N	169,2 N	201 N
6				44,6 N	131,8 N	218 N
7				44,8 N	190,6 N	
8				64,7 N		
9				57,7 N		
10				62,9 N		
11				64,2 N		
12						

Die Mittelwerte und Standardabweichungen der oben gelisteten Versuche sind in Tabelle 6 zu sehen.

Tabelle 6: Arithmetische Mittel & Standardabweichungen der Maximalkraftverteilung beim Small Punch

Material	GUR 1050 Versuchs- reihe 1	GUR 1020 Versuchs- reihe 1	GUR 1020 + Vitamin E	PE 100	GUR 1020 gealtert	GUR 1050 Versuchs- reihe 2
Mittelwert	201 N	175,2 N	136,9 N	57,3 N	173,8 N	231 N
Standardab.	20,7 N	33,2 N	8,78 N	11,6 N	24,4 N	17,6 N

Zur Veranschaulichung dieser Tabelle soll Diagramm 22 dienen, welches die Mittelwerte der Maximalkräfte sowie die dazugehörigen Standardabweichungen der Small Punch-Versuche wiedergibt.

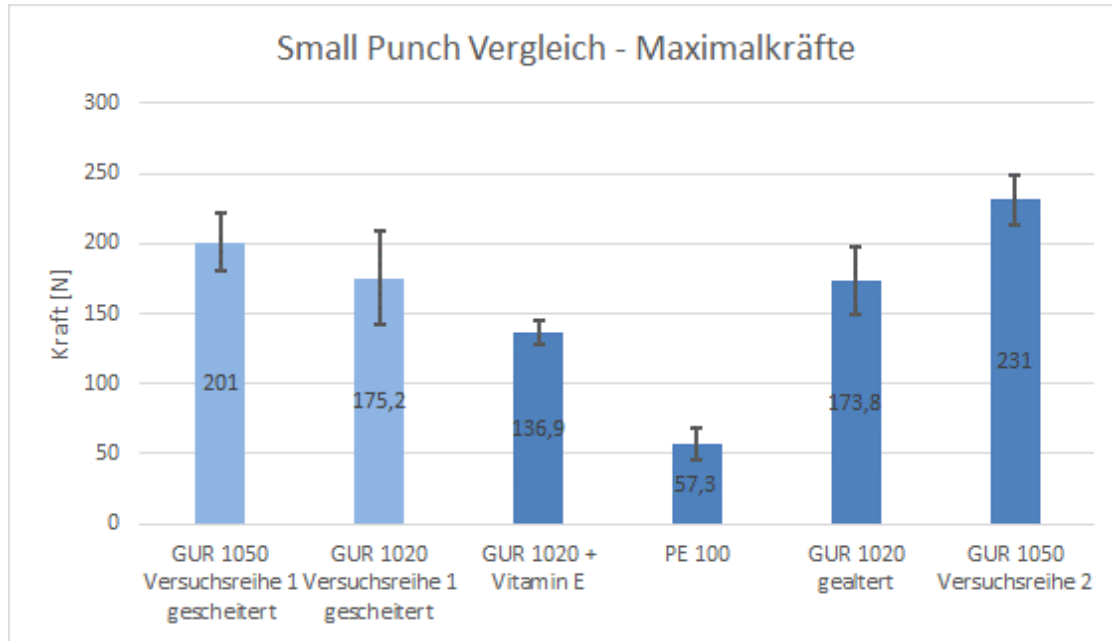


Diagramm 22: Small Punch, Vergleich aller Versuchsreihen

Vergleicht man die Mittelwerte der Maximalkräfte der erfolgreich durchgeführten Small Punch-Versuche so erkennt man, dass hier deutliche Unterschiede vorliegen. Die erreichten Werte für PE 100 liegen im erwarteten Bereich. Vergleicht man diesen Durchschnittswert von 57,3 N mit den erwarteten Maximalkräften für UHMWPE aus dem UHMWPE-Handbook (1), welche sich im Bereich von 70 N befinden, so kann angenommen werden, dass sich die Versuchsergebnisse, begründet durch die vergleichsweise geringere Streckgrenze von PE 100 im Vergleich zu UHMWPE, in einem realistischen Wertebereich befinden.

Die Maximalwerte der erfolgreich durchgeführten Small-Punch-Versuche mit UHMWPE-Werkstoffen übertreffen jedoch diesen Erwartungswert von 70 N erheblich. Mit einem Durchschnittswert von 136,9 N zeigt GUR 1020 + Vitamin E den geringsten Durchschnittswert der Maximalkräfte. Die Versuchsreihe 2 mit GUR 1050 mit 231 N als Schnitt für die Maximalkraft die Höchsten.

Versuchsergebnisse

Analog zu den Small Punch-Ergebnisse werden in Tabelle 7 die Streckgrenzen der durchgeführten Zugversuche aufgelistet.

Tabelle 7: Vergleich der Streckgrenzen aller Zugversuche

Material → ProbenNr. ↓	GUR 1020	PE 100
1	32,4 N/mm ²	21,1 N/mm ²
2	32,2 N/mm ²	20,2 N/mm ²
3	28,9 N/mm ²	21,9 N/mm ²
4	28,7 N/mm ²	21,3 N/mm ²
5	27,4 N/mm ²	23,5 N/mm ²
6	30,9 N/mm ²	24,0 N/mm ²
7	-	25,6 N/mm ²
8	-	25,3 N/mm ²

In Tabelle 8 sind die arithmetischen Mittel sowie die Standardabweichungen der Streckgrenzenverteilung der Zugversuche für PE 100 und GUR 1020 zu sehen.

Tabelle 8: Arithmetische Mittel & Standardabweichungen der Streckgrenzenverteilung der Zugversuche

Material →	GUR 1020, v=0,5 mm/min	GUR 1020, v=10 mm/min	PE 100 v=0,5 mm/min	PE 100 v=10 mm/min
Mittelwert	29,75 N/mm ²	29,50 N/mm ²	21,12 N/mm ²	24,6 N/mm ²
Standardabweichung	2,28 N/mm ²	1,5 N/mm ²	0,61 N/mm ²	0,87 N/mm ²

Das geprüfte PE 100 hat eine um ca. 25% geringere Streckgrenze als GUR 1020, wodurch sich auch das unterschiedliche Verhalten bezogen auf die Maximalkräfte beim Small Punch-Test teilweise erklären lässt. Das Verhältnis zwischen den Maximalkräften beim Small Punch-Versuch ist jedoch wesentlich größer als bei den Streckgrenzen im Zugversuch. Des Weiteren gibt die geringere Streckgrenze von PE 100 noch keinen Aufschluss darüber, wieso die Diagrammverläufe der Versuche mit UHMWPE sich nicht wie die Verläufe aus der Literatur (1) verhalten.

5.9 Vergleich von Small Punch und Zugversuch

Um einen Vergleich zwischen den beiden Versuchen, Small-Punch und Zugprüfung, aufzustellen, besteht die Notwendigkeit die erhaltenen Ergebnisse auf eine einheitliche physikalische Größe umzurechnen. Es werden anhand von zwei verschiedenen Methoden die gemessenen Small Punch-Ergebnisse auf den Elastizitätsmodul umgerechnet. Weiters werden diese Werte mit dem E-Modul aus den durchgeführten Zugversuchen und auf von Aysenur Örs Ünsal, MSc, am Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologien an der Technischen Universität Wien, basierende Messungen durch einen Nanointender verglichen und auf Plausibilität geprüft.

Die Berechnung des E-Moduls aus dem Zugversuch erfolgt über die Steigung der Hook'schen Gerade, also des Verlaufes des Spannungs-Dehnungs-Diagrammes im linear-elastischen Bereich. (18) Durch Ermitteln eines beliebigen Punktes auf der Hook'schen Gerade kann anhand der Geradengleichung in Parameterform durch algebraische Äquivalenzumformung die Geradensteigung ermittelt werden. (Der Ordinatenabschnitt des Verlaufes beträgt hier den Wert 0).

Tabelle 9: E-Modul aus dem Zugversuch mit GUR 1020 und PE 100

Material → Nr. ↓	E-Modul aus dem Zugversuch GUR 1020	E-Modul aus dem Zugversuch PE 100
1	750 N/mm ²	520 N/mm ²
2	830 N/mm ²	520 N/mm ²
3	750 N/mm ²	400 N/mm ²
4	800 N/mm ²	375 N/mm ²
5	600 N/mm ²	700 N/mm ²
6		600 N/mm ²
7		500 N/mm ²
8		500 N/mm ²

In Diagramm 23 sind die errechneten Werte für den E-Modul aufgetragen sowie das arithmetische Mittel und die Standardabweichung der Versuchsergebnisse zu GUR 1020. Selbes ist in Diagramm 24 für die Versuchsreihe mit PE 100 dargestellt. Vergleich man die Werte mit den Vorgaben aus den Datenblättern, welche für GUR 1020 als Durchschnittswert 660 N/mm², siehe Kapitel 8.4 *Datenblatt GUR 1020* und für PE 100 1100 N/mm², siehe Kapitel 8.2 *Datenblatt PE 100*, aufweisen, so erkennt man teils größere Abweichungen. Wie schon erläutert wurde, handelt es sich bei den im Zuge dieser Arbeit durchgeführten Versuchen nicht

Versuchsergebnisse

um normgerechte Zugversuche, wodurch keine Vergleichbarkeit mit den Datenblättern gegeben ist. Diverse Prüfbedingungen wie die Prüflingsgeometrie oder Prüfgeschwindigkeit entsprechen keiner Norm. Die Versuchswerte dienen rein der relativen Bewertung eigens durchgeführter Versuche.

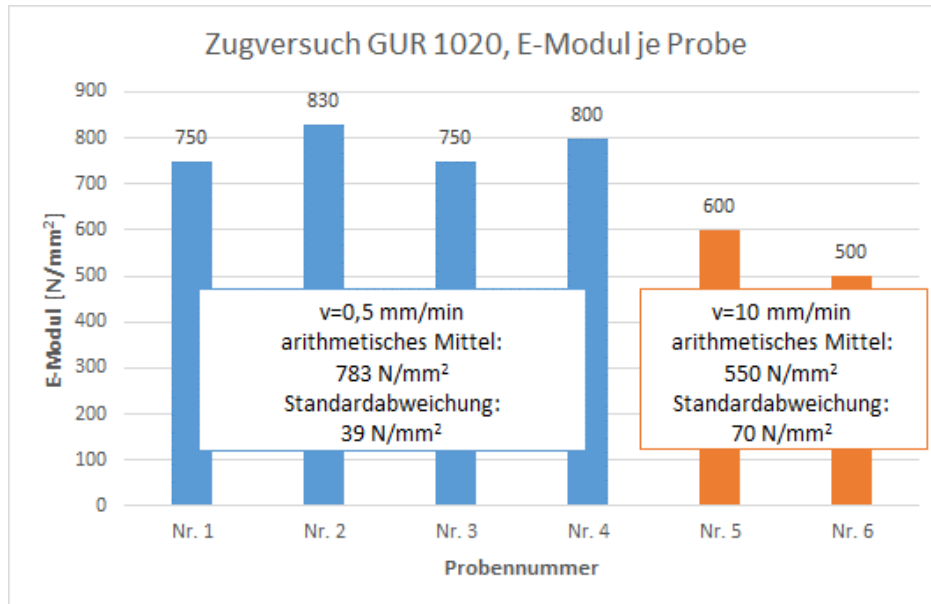


Diagramm 23: Zugversuch GUR 1020, E-Modul je Probe

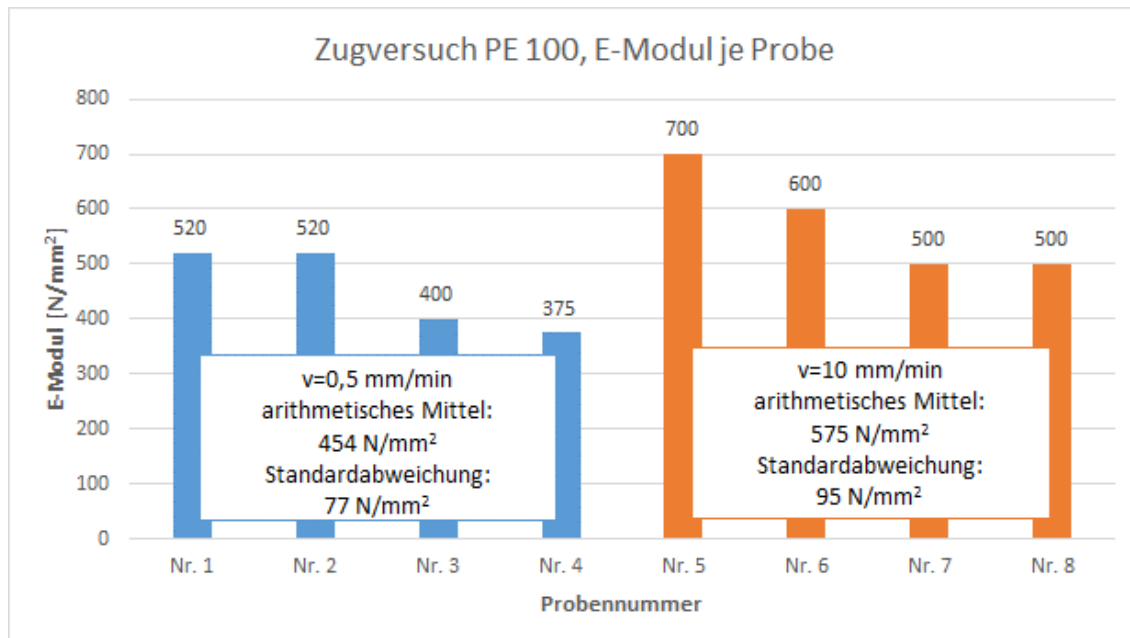


Diagramm 24: Zugversuch GUR 1020, E-Modul je Probe

5.9.1 Umrechnung der Small-Punch-Ergebnisse auf den E-Modul (19)

Zur Berechnung des E-Moduls aus den Ergebnissen der Small Punch-Versuchen wird eine, auf Simulationsberechnungen basierende und durch Small Punch-Versuche validierte, Umrechnungsformel angewendet. (19),

$$E = 13,5 k \quad (1)$$

Die zur Ermittlung der Formel verwendeten Materialwerte und -eigenschaften beziehen sich auf pressgesintertes GUR 4120 HP. (19) Ein UHMWPE-Werkstoff mit ähnlichen technischen Eigenschaften, bezogen auf Festigkeit, Molmasse und Bruchdehnung, wie GUR 1020 sowie GUR 1050, siehe 8.3 *Datenblatt GUR 4120*.

Durch das Multiplizieren der sogenannten „anfänglichen Steifigkeit“ mit dem konstanten, analytisch ermittelten, Wert von 13,5 (19), wird aus dem Small Punch-Versuchsergebnisse der theoretische E-Modul errechnet. Die anfängliche Steifigkeit k [N/mm] ist hierbei der Quotient aus der Maximalkraft in Newton und der dazugehörigen Verschiebung in mm. (19) Diese Umrechnungsformel wird auf die Ergebnisse der Small Punch-Versuche angewendet und ergibt die in Tabelle 10 ersichtlichen Werte für den E-Modul. Es ist jedoch darauf hinzuweisen, dass es sich hier um eine iterativ errechnete Näherungsformel handelt.

Tabelle 10: Errechneter E-Modul aus den Small Punch-Versuchsergebnissen

Material → Nr. ↓	GUR 1020 + Vitamin E	PE 100	GUR 1020 gealtert	GUR 1050 Versuchsreihe 2
1	852,6 N/mm ²	404,2 N/mm ²	1041,9 N/mm ²	1355,9 N/mm ²
2	839,7 N/mm ²	556 N/mm ²	912,9 N/mm ²	1258,5 N/mm ²
3	735,1 N/mm ²	546 N/mm ²	922,9 N/mm ²	986,5 N/mm ²
4	935,4 N/mm ²	507,5 N/mm ²	979,4 N/mm ²	1084,6 N/mm ²
5	767,3 N/mm ²	358 N/mm ²	906,4 N/mm ²	1130,6 N/mm ²
6		364,9 N/mm ²	757,1 N/mm ²	1158,7 N/mm ²
7		360 N/mm ²	1025,1 N/mm ²	
8		598,3 N/mm ²		
9		660,1 N/mm ²		
10		566,1 N/mm ²		
11		541,7 N/mm ²		
12		592,5 N/mm ²		

In Diagramm 25 werden die arithmetischen Mittel mit der dazugehörigen Standardabweichung der E-Module dargestellt. Verglichen werden hier die durch die Näherungsformel (1) errechneten Werte aus den Small Punch-Versuchen mit den Werten aus dem Zugversuch.

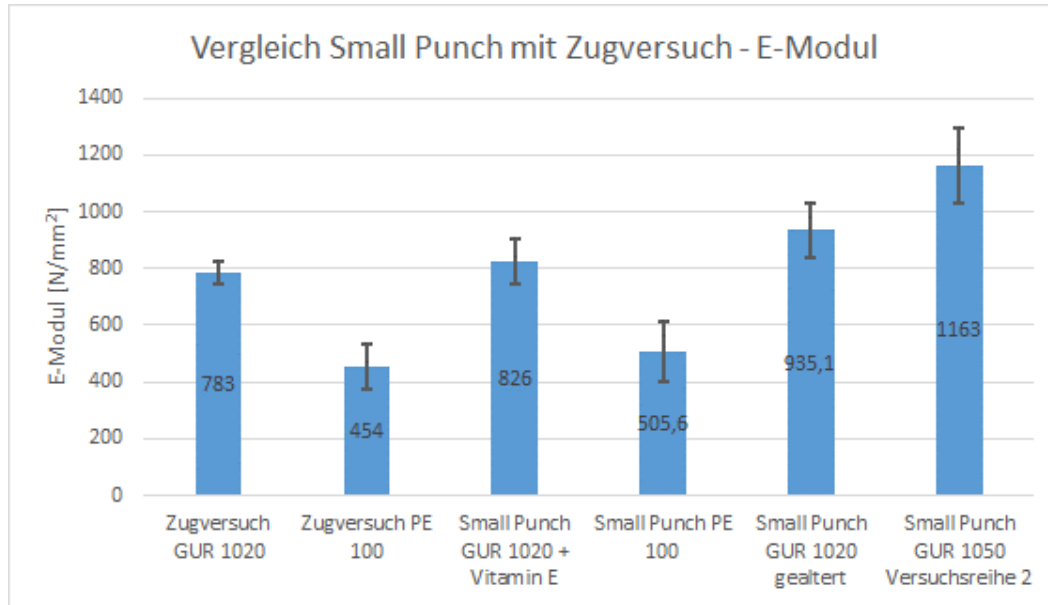


Diagramm 25: Vergleich der Small Punch Versuchsergebnisse mit dem Zugversuch anhand des E-Moduls nach Gleichung (1)

Vergleicht man das arithmetische Mittel von GUR1020 aus dem Zugversuch mit den Werten von GUR 1020 + Vitamin E und gealtertem GUR 1020 aus dem Small Punch-Versuch so ist eine sichtbare Korrelation zu erkennen. Dass, der gealterte GUR 1020-Werkstoff einen etwas höheren E-Modul aufweist, ist nicht unerwartet, da die Alterung eine Versprödung hervorruft, welche den E-Modul in gewisser Weise in die Höhe treiben kann. Die Werkstoffdaten aus Tabelle 2 zeigen auch, dass sich die Werte für den E-Modul im erwarteten Bereich befinden. Dies würde die auffällige hohe Maximalkraft und Verschiebung der Small Punch-Versuche plausibilisieren.

Auch zeigen die Werte für PE 100 ein vergleichbares Ergebnis zueinander. Das arithmetische Mittel ist beim Small Punch Versuch um ca. 50 N/mm² höher, jedoch überschneiden sich die Ergebniswerte bedingt durch die Standardabweichung.

Obwohl GUR 1050 erwartungsgemäß einen niedrigeren E-Modul als GUR 1020 aufweisen sollte, siehe Kapitel 8.4 *Datenblatt GUR 1020* und Kapitel 8.5 *Datenblatt GUR 1050*, ist hier das Gegenteil der Fall. Die absolute Bewertung dieser Messwerte ist somit nicht zielführend und falsch. Es war nicht möglich GUR 1020, ohne Zugabe von Vitamin E und ohne Alterung,

mit dem Small Punch-Versuch zu prüfen um einen direkten Vergleich zwischen den beiden Versuchen aufzustellen.

Zu beachten ist, dass es sich hier rein um die Bewertung des linear-elastischen Bereiches des Small Punch-Versuches handelt. Die Umrechnung auf den E-Modul mit Hilfe der Maximalkraft und der dazugehörigen Verschiebung lassen die plastische Deformation nach dem Erreichen des Hochpunkts im Kraft-Weg-Diagramm nicht einfließen.

5.9.2 Umrechnung durch Annahme eines linearen Zusammenhangs zwischen der Maximalkraft aus dem Small Punch-Versuch und der Streckgrenze (20)

Die hierfür verwendete Methodik, welche für einen Festigkeitsvergleich von Polyactiden mit verschiedenen Verschleißzuständen eingesetzt wurde (20), vergleicht die Streckgrenzen der Materialien mit dem Quotienten aus den Maximalwerten und der Probendicke zum Quadrat des Small Punch-Versuches.

Durch Auftragen dieser Werte in ein Diagramm und eines linearen Zusammenhangs dieser untereinander, wird eine Geradengleichung aufgestellt, welche als Umrechnungsformel dienen soll um die Maximalwerte der Small Punch-Versuche in Streckgrenzen umzuwandeln, siehe Diagramm 26.

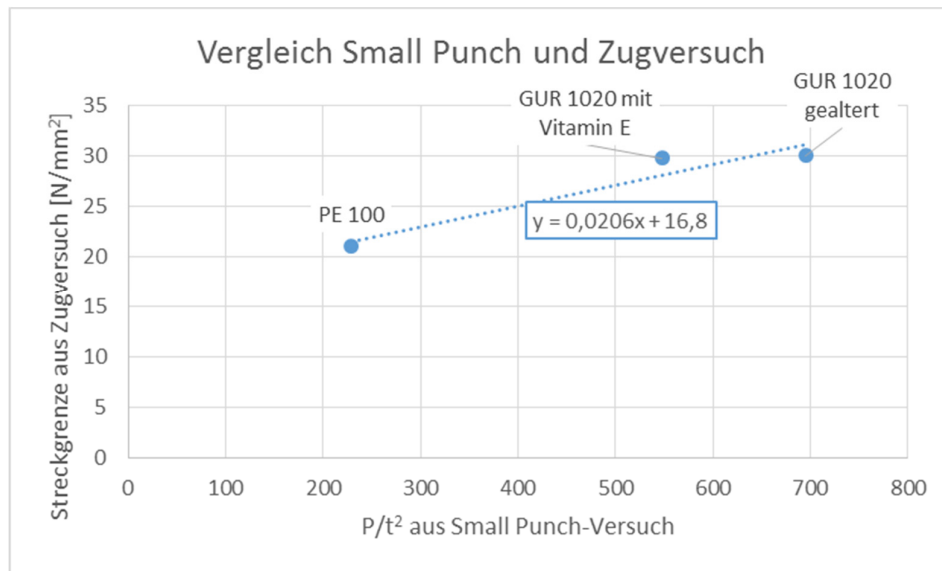


Diagramm 26: Vergleich Small Punch (Maximalwert) und Zugversuch (Streckgrenze)

Die Maximalwerte von GUR 1020 gealtert und GUR 1020 + Vitamin E wurden als Annäherung beide mit der Streckgrenze von GUR 1020 ($v=0,5\text{mm/min}$) verglichen. Die ermittelte Geradengleichung (2) lautet somit:

$$y = 0,0206 \cdot \frac{P}{t^2} + 16,8 \quad (2)$$

Hier stellt P den Maximalwert aus dem Small Punch-Versuch dar und t die Probendicke. Tabelle 11 zeigt die Umgerechneten Maximalwerte aus dem Small Punch-Versuch in Streckgrenzen laut Gleichung (2) dar.

Tabelle 11: Errechnete Streckgrenze aus Small Punch Ergebnissen nach Gleichung (2)

Material	GUR 1020 + Vitamin E	PE 100	GUR 1020 gealtert	GUR 1050 Versuchs- reihe 2
Streckgrenze nach Gleichung (2)	29,7 N/mm ²	21,0 N/mm ²	33,7 N/mm ²	39,9 N/mm ²

Da bei dieser Umrechnungsmethode die Berechnungsformel selbst aus dem Vergleich der Streckgrenze aus dem Zugversuch und der Maximalkraft aus dem Small Punch-Versuch abgeleitet wird, kann die Aussagekraft des Small Punch-Versuches nicht bewertet werden, da die Maximalkräfte nicht unabhängig vom Zugversuch ausgewertet werden können. Es handelt sich rein um eine Methode um beispielsweise das Festigkeitsverhalten einer Materialcharge zu vergleichen, da man als Referenz den Zugversuch bestimmt um später durch ressourcenschonende Small Punch-Versuche trotzdem die Streckgrenze des Materials ermitteln zu können.

Auch zeigen die verhältnismäßig sehr hohen Streckgrenzen aus Tabelle 11, dass diese Berechnungsmethode keine allgemein gültige Umrechnungsmethode von Ergebnissen aus dem Small Punch-Versuchen und den verwendeten unterschiedlichen Werkstoffen im Zuge dieser Arbeit bildet. Diese Berechnung wurde informativ durchgeführt um die Maximalkräfte unabhängig vom E-Modul zu vergleichen und wird nicht für den abschließenden Vergleich der E-Module verwendet.

5.9.3 Umrechnung durch Annahme eines linearen Zusammenhangs zwischen der Anfangsneigung des Verlaufes aus dem Small Punch-Versuch und des E-Moduls (20)

Analog zu Kapitel 5.9.2 *Umrechnung durch Annahme eines linearen Zusammenhangs zwischen der Maximalkraft aus dem Small Punch-Versuch und der Streckgrenze* wird hier ein linearer Vergleich zwischen dem, aus dem Zugversuch ermittelten, E-Modul mit dem Quotienten der Anfangsneigung $Slope_{int}$ des Verlaufes aus dem Small Punch-Versuch und der Probendicke t aufgestellt. Die Werte für die durchschnittliche Anfangsneigung (arithmetisches

Versuchsergebnisse

Mittel) werden aus den Verläufen der Small Punch Versuche, analog zu Abbildung 42 (20) , entnommen und ergeben für den Faktor $Slope_{int}/t$ folgende Werte, siehe Tabelle 12.

Tabelle 12: Errechneter Faktor $Slope_{int}/t$ aus Small Punch Ergebnissen

Material	GUR 1020 + Vitamin E	PE 100	GUR 1020 gealtert	GUR 1050 Versuchsreihe 2
$Slope_{int}/t$	196 N/mm ²	136 N/mm ²	161 N/mm ²	260 N/mm ²

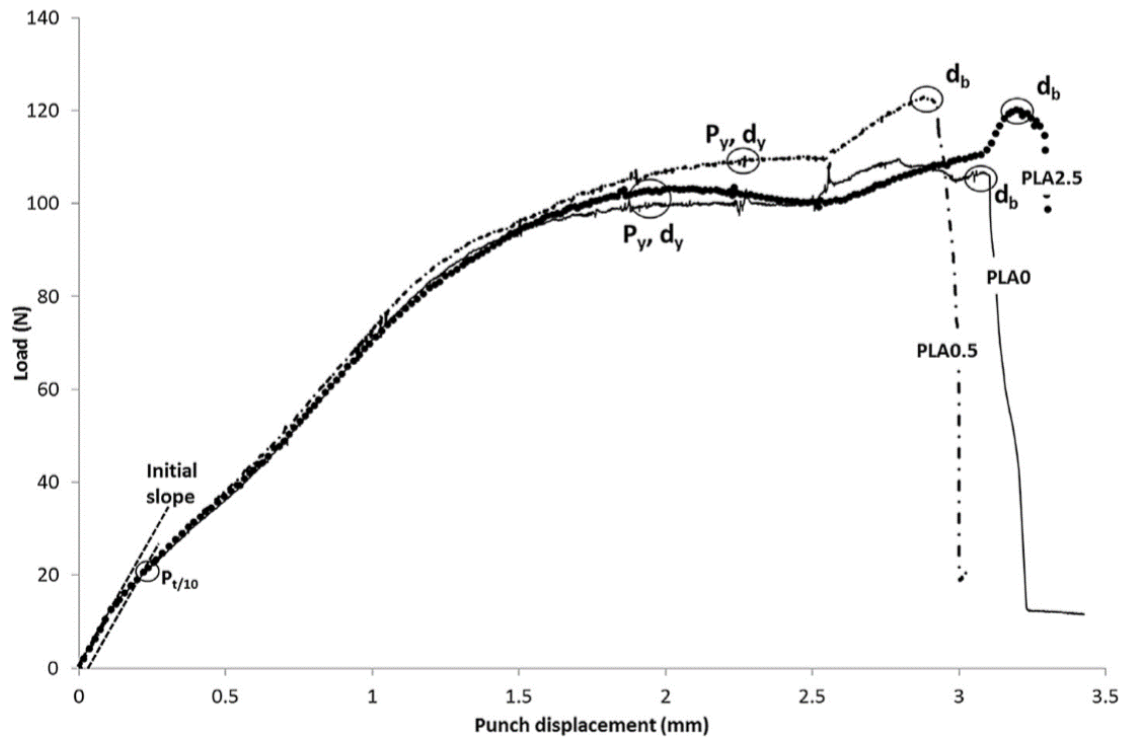


Abbildung 42: Bildliche Darstellung zur Ermittlung der Anfangsneigung $Slope_{int}/t$ aus dem Small Punch-Verlauf (20)

Analog zu Diagramm 26 wird in Diagramm 27 eine Geradengleichung ermittelt, welche zur Umrechnung des Faktors $Slope_{int}/t$ in den E-Modul ermöglichen soll.

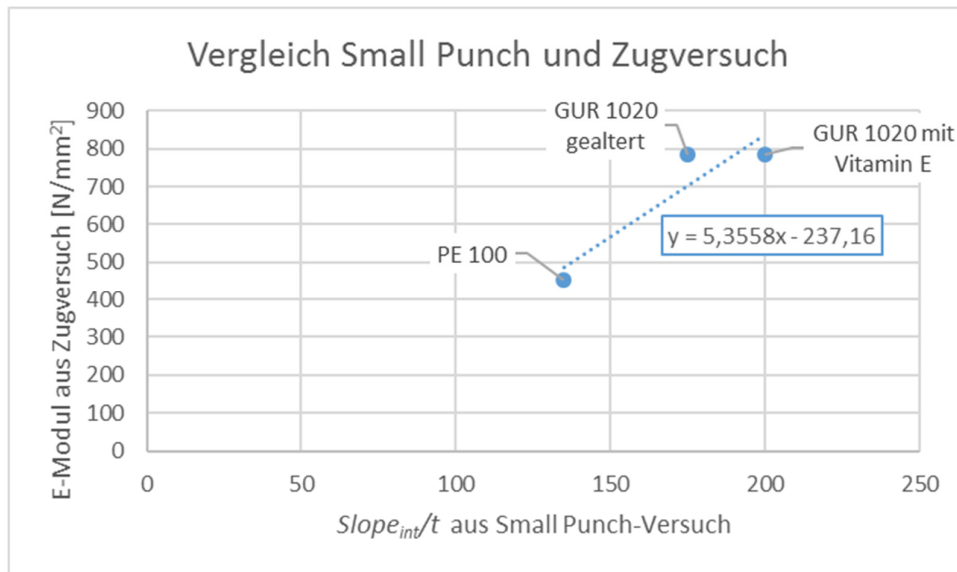


Diagramm 27: Vergleich Small Punch ($Slope_{int}/t$) und Zugversuch (E-Modul)

Der Faktor $Slope_{int}/t$ von GUR 1020 gealtert und GUR 1020 + Vitamin E wurde als Annäherung in beiden Fällen mit dem E-Modul von GUR 1020 ($v=0,5\text{mm/min}$) verglichen. Die ermittelte Geradengleichung (3) lautet somit:

$$y = 5,3558 \cdot \frac{Slope_{int}}{t} - 237,16 \quad (3)$$

Gleichung (3) auf die Werte $Slope_{int}/t$ aus Tabelle 12 angewendet, liefert folgende Umrechnungswerte als E-Modul, siehe Tabelle 13.

Tabelle 13: Umrechnung der Small Punch-Ergebnisse auf den E-Modul nach Gleichung (3)

Material	GUR 1020 + Vitamin E	PE 100	GUR 1020 gealtert	GUR 1050 Versuchsreihe 2
E-Modul nach Gleichung (3)	811,3 N/mm ²	488,7 N/mm ²	625,1 N/mm ²	1156,4 N/mm ²

5.9.4 Vergleich der Elastizitätsmodule

In Tabelle 14 sind die aus dem Small Punch errechneten E-Module nach Gleichung (1) und Gleichung (3), der E-Modul aus dem Zugversuch sowie der E-Modul aus Nanointendermessungen durchgeführt durch Aysenur Örs Ünsal, MSc am Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologien an der Technischen Universität Wien¹⁾.

Tabelle 14: Vergleich der Elastizitätsmodule

Material	GUR 1020	GUR 1020 + Vitamin E	PE 100	GUR 1020 gealtert	GUR 1050 Versuchsreihe 2
E-Modul aus Zugversuch	746 N/mm ²		514 N/mm ²		
E-Modul aus Small Punch nach Gleichung (1)	-	826 N/mm ²	505,6 N/mm ²	935,1 N/mm ²	1163 N/mm ²
E-Modul aus Small Punch nach Gleichung (3)	-	811,3 N/mm ²	488,7 N/mm ²	625,1 N/mm ²	1156,4 N/mm ²
Nanointendermessungen ¹⁾	1120 N/mm ²	1140 N/mm ²	-	1580 N/mm ²	1020 N/mm ²

Am deutlichsten ist der Unterschied aus den Nanointendermessungen zu den restlichen Messungen zu erkennen, da diese tendenziell höher sind. Wie jedoch in den Kapiteln zu den jeweiligen Berechnungsversuchen schon erklärt wurde, sind die errechneten E-Module nur bedingt aussagekräftig. Die Näherungsformel nach Gleichung (3) basiert auf der Annahme eines linearen Zusammenhanges zwischen dem Faktor $Slope_{int}/t$ und des E-Modules aus dem Zugversuch. Weiters wird hier auch die Annahme getroffen, dass durch einen materialübergreifenden Zusammenhang auch der E-Modul von GUR 1050 errechnet werden kann, wofür die Formel jedoch nicht konzipiert wurde.

Allgemein ist auch zu den errechneten Werten aus den Nanointendermessungen zu sagen, dass es sich hier um den sogenannten „initial modulus“ handelt, welcher sich nicht zwingend mit dem, aus dem Zugversuch (Steigung der Hook'schen Gerade) ermittelten E-Modul vergleichen lässt. (21) Bei dieser deutlichen Diskrepanz handelt es sich jedoch nicht um übliche Abweichung bedingt durch unterschiedliche Messmethoden oder Materialunterschieden, weshalb sich auch keine Eignung des Small Punch-Versuches für die Ermittlung absoluter Festigkeitswerte bestätigen lässt.

6 Conclusio

Das Ziel der Masterarbeit eine Vorrichtung für den Small Punch-Versuch zu konstruieren und zu fertigen wurde partiell erfüllt. Anhand von Vorversuchen soll eine Prozesssicherheit der Apparatur gewährleistet werden um späteren Versuchsreihen mit UHMWPE realistische Festigkeitswerte als Messergebnisse entnehmen zu können.

Da die Versuchsreihe 1 mit GUR 1020 und GUR 1050 und die Versuchsreihe 2 mit GUR 1020 gescheitert sind, werden die Messergebnisse weder zur Festigkeitsbewertung der geprüften Materialien noch zur Validierung der Versuchsanwendung hinsichtlich Funktionalität und Reproduzierbarkeit des Versuchsprozesses herangezogen. Grund dafür ist, dass bei keinem der geprüften Proben ein Rissbild nach dem Versuch zu erkennen ist. Das heißt die Proben wurden nicht zerstört und der Small Punch-Versuch ist in diesen Fällen gescheitert. Die aufgezeichneten Verläufe im Kraft-Weg-Diagramm resultieren aus einer Überlappung von Reib- und Deformationskräften, welche durch die Quetschung der Probe zwischen dem Stempel und der Matrize in der Versuchsanwendung entstehen.

Betrachtet man die erreichten Maximalkräfte sowie deren Mittelwerte aus den aber nur bedingt erfolgreich durchgeführten Small Punch-Versuchen mit GUR 1020 + Vitamin E, gealtertem GUR 1020 und GUR 1050 (Versuchsreihe 2) so erkennt man einen großen Unterschied zu den erwarteten Werten aus dem UHMWPE-Handbook (1). Nicht nur die Maximalkräfte heben sich wesentlich ab, sondern auch die Verläufe im Kraft-Weg-Diagramm nehmen eine deutlich andere Gestalt an. Einzig der Versuch mit PE 100 liefert zufriedenstellende Ergebnisse. Die Verläufe zeigen ein Maximum des Kraft-Weg-Verlaufes am Anfang, welcher im Bereich von 50 N liegt, und nach anschließendem Sinken der Kurve einen erneuten Anstieg auf ein geringeres Maximum im Bereich von 30...40 N. Die Verläufe und erreichten Maximalkräfte entsprechen den Erwartungen aus dem UHMWPE-Handbook (1) und zeigen, dass die Versuchsanwendung für diesen Werkstoff jedenfalls gut geeignet ist.

Des Weiteren ist für die Probenherstellung mit PE 100 keine so hohe Sorgfalt und genaue Toleranzeinhaltung notwendig, wie bei den UHMWPE-Werkstoffen um beim Small Punch-Versuch wenigstens einen Riss in der Probe zu erhalten. Die erfolgreich absolvierten UHMWPE-Versuche verlangen eine sehr präzise Probenpräparation, wohingegen die PE 100 Proben (speziell im Durchmesser; hier stellte ein Spalt im Bereich von 100µm zur Führungsaufnahme kein Problem dar) weniger genau gefertigt werden mussten, um einen

erfolgreichen Versuchsausgang zu erhalten. Die Grundidee nach den ersten gescheiterten Versuchen den Fokus auf eine genauere Probenpräparation zu setzen, stammt aus einer Korrespondenz mit Steven M. Kurtz, Ph.D. per Email. Demnach soll ein Durchrutschen von unverniettem GUR 1020 und GUR 1050 bei Small Punch-Versuchen nicht beobachtet worden sein. Bei strengem Einhalten der Maßtoleranzen müsste der Versuch erfolgreich durchführbar sein und sinnvolle Ergebnisse liefern können. (22) Diese Aussage ist nach den eigens durchgeführten Versuchsreihen nur teilweise zu bestätigen.

Somit kann nur die Aussage getroffen werden, dass die Versuchssapplikation jedenfalls für HDPE-Werkstoffe sicher und verlässlich funktioniert. Die Werte sind reproduzierbar, zeigen eine Durchgängigkeit und liefern keine stark streuenden Ergebnisse. Betrachtet man jedoch die Versuche mit den, zu dem Zeitpunkt verfügbaren, UHMWPE-Materialien so muss eine Eignung dieses Versuches in Frage gestellt werden. Besonders schwierig gestaltete sich die Versuchsführung mit GUR 1020. Während bei GUR 1050 mit hoher Fertigungsgenauigkeit der Proben ein erfolgreicher Small Punch-Versuch in dem Sinn, dass zumindest Risse an der Probe generiert werden konnten, durchgeführt wurde, war es nicht möglich diese Erfolge auch mit GUR 1020 zu erzielen. Die GUR 1020-Proben rutschten alle in die Matrizenbohrung und wurde mit dem Stempel eingequetscht. Erst die Alterung des Materials führte zu einer Rissbildung.

Betrachtet man die Streckgrenzen der Materialien aus den, im Zuge dieser Arbeit durchgeführten, Zugversuchen, so wird ersichtlich, dass die hohen Maximalkräfte auf die relativ hohen Festigkeiten der geprüften Materialien zurückzuführen sein könnten. Die Abweichung zu den Werkstoffvorgaben aus Tabelle 2 könnten die Diskrepanz der Messwerte zwischen den durchgeführten Small Punch-Versuchen und den Literaturvorgaben (1) erklären.

Der Vergleich des errechneten E-Moduls aus den Versuchsergebnissen, siehe Tabelle 14, zeigte, dass die Messergebnisse zwischen Small Punch- und Zugversuch gut miteinander korrelieren. Große Abweichungen sind jedoch für die Materialien GUR 1020 und GUR 1050 verglichen mit den Nanointendermessungen deutlich erkennbar. Die E-Module liegen weit über den errechneten Werten aus dem Small Punch, sowie aus dem Zugversuch. Diese sehr hohen Diskrepanzen zeigen auf, dass sich diese Versuchssapplikation nicht für die Ermittlung von absoluten Festigkeitsergebnissen eignet. Die Unterschiede aus dem Zugversuch sind auf nicht normgerechte Versuchsbedingungen zurückzuführen.

Der Versuchsvergleich anhand von PE 100 zeigt jedoch eine relativ gute Vergleichbarkeit, da sich die Werte für den E-Modul aus dem Small Punch- sowie dem Zugversuch weitgehend überschneiden, jedoch fehlt hier eine Nanointendermessung. Es kann aber basierend auf die PE 100-Versuchsreihe zumindest eine teilweise korrekte Versuchsdurchführung, im linear-elastischen Bereich; mit der Small Punch-Applikation aufgezeigt werden. Eine Tatsache, welche die Ursache für die Probleme in der Versuchsdurchführung mit den UHMWPE-Werkstoffen mehr auf die geprüften Materialien und deren Festigkeitseigenschaften in den Vordergrund schiebt, als auf eine unzureichende Funktionalität der Prüfapplikation.

Die Aufstellung der Gleichung (2) sowie der Gleichung (3) basiert auf eine Gegenüberstellung der Streckgrenzen / der E-Module aus dem Zugversuch und den Maximalkräften / dem Faktor $Slope_{int}/t$ aus dem Small Punch. Das Problem dieser Methodik besteht darin, dass hier nur eine Gegenüberstellung der Festigkeitswerte sortenreinen Materials sinnvoll ist. Womit sich der Small Punch zwar für einen sortenreinen Vergleich eines Materials bedingt eignet, aber eine absolute Bewertung der Ergebnisse keinesfalls gewährleistet. Somit könnte jedenfalls für GUR 1050, GUR 1020 gealtert und GUR 1020 + Vitamin E eine Versuchsreihe mit begleitenden Zugversuchen durchgeführt werden um eine Berechnungsformel, analog zu Gleichung (3), zu schaffen.

Eine weitere Untersuchung zur Umrechnung von Small Punch-Ergebnissen für UHMWPE auf eine Streckgrenze oder einen E-Modul wurde im Zuge einer Fallstudie an der *China University of Mining and Technology* durchgeführt (23). In der Fallstudie wurden Proben mit unterschiedlichem Pressdruck bei der Herstellung mithilfe des Small Punch-Versuches verglichen und schlussendlich signifikante Einflüsse dargestellt. Jedoch scheiterte hier ein qualitativer Vergleich mit den Ergebnissen dieser Arbeit, da sich die Prüfbedingungen signifikant unterscheiden. Ausschlaggebend ist das Design des Stempels, welcher einen flachen Kopf besitzt und somit einen deutlich anderen Belastungszustand, in Form einer Abscherung anstatt einer Umlaufbiegung, hervorruft. Auch weisen die Proben eine Dicke von 1mm auf, wodurch die Abscherung durch die erhöhte Steifigkeit der Probe noch mehr begünstigt wird.

Die hohe Empfindlichkeit gegenüber Probenungenauigkeiten, sowie die nicht normgerechten Messergebnisse werfen einige Fragen auf, ob sich dieser Versuch für hochmolekulares Polyethylen jeglicher Art eignet. Ein Kritikpunkt könnten die laut Norm (2) (1) verlangte Probengeometrie sein. Der Durchmesser von 6,4 mm könnte gerade zu klein sein um genügend Halt der Probe in der Vorrichtung zu gewährleisten, wodurch das duktilere Material GUR 1020 nicht zu Prüfen war. Aus den Erkenntnissen der durchgeführten Versuche lässt sich auch eine Einschränkung dieser Versuchsmethode für höherfeste Materialien darstellen. Das Zusammenspiel aus hoher Duktilität und hoher Festigkeit zeigte die Grenzen des Small Punch-Versuches auf. Jedoch würde eine konstruktive Änderung des Versuchsaufbaus der Norm aus dem UHMWPE-Handbook (1) widersprechen und eine umfassende Neugestaltung des Versuchsaufbaus benötigen. Die Prüfbedingungen sowie Versuchsparameter und Ergebnisauswertung, welche dem UHMWPE-Handbook (1), welches auf den Vorgaben der Norm ASTM F2183 (2) basiert, entnommen wurden, führten in dieser Arbeit zu keinem erfolgreichen Small Punch-Versuch für UHMWPE- Werkstoffe.

Abschließend ist zu sagen, dass die gefertigte Versuchsapplikation für GUR 1050 und GUR 1020 + Vitamin E sowie GUR 1020 gealtert bedingt funktioniert. Der Versuch ist reproduzierbar und es werden Risse an den Proben generiert, jedoch besteht keine Vergleichbarkeit anhand von absoluten Ergebniswerten in Hinsicht auf die Festigkeit. Durch weitere Versuchsreihen mit UHMWPE könnte ein Referenzdatensatz erzeugt werden, welcher als Basis für eine Vergleichsstudie für UHMWPE genutzt werden kann. Mit einer ausreichenden Anzahl an Versuchsergebnissen könnten unter Umständen Differenzen zwischen neuen und bereits im Einsatz gewesenen Materialien aufgezeigt werden, solange es sich um eine sortenreine Betrachtung handelt.

7 Literaturverzeichnis

1. **Steven M.Kurtz, Ph.D.** *The UHMWPE Handbook*. Research Associate Professor, Drexel University, 3401 Market Street, Suite 300, Philadelphia, PA 19104 : ELSEVIER Academic Press, 2004.
2. **ASTM International.** *ASTM F2183-02, Standard Test Method for Small Punch Testing of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene Used in Surgical Implants*. West Conshohocken, PA : s.n., 2002.
3. **Ed. by Krukemeyer, Manfred Georg / Möllenhoff, Gunnar.** *Endoprothetik, Ein Leitfaden für den Praktiker*. Münster : de Gruyter, 2012.
4. **Waldeyer, Anton [Begr.] und Fanghänel, Jochen [Hrsg.].** *Waldeyer - Anatomie des Menschen*. Berlin [u.a.] : de Gruyter, 2009.
5. **Mathys AG Bettlach.** Dietrich Bonhoeffer Klinikum, Das Hüftgelenk. www.dbkn.de. [Online] 15. 03 2017. [Zitat vom: 15. 03 2017.]
<http://dbkn.de/doc/dbk/or1/Hueftendoprothese.pdf>.
6. **Dietrich Bonhoeffer Klinikum, Das Kniegelenk.** www.dbkn.de. [Online] 15. 03 2017. [Zitat vom: 15. 03 2017.] <http://dbkn.de/doc/dbk/or1/Knieendoprothese.pdf>.
7. **Domininghaus, et al.** *Kunststoffe, Eigenschaften und Anwendungen*. 76327 Pfinztal, Deutschland : Springer, 2012.
8. **Weißbach, Wolfgang.** *Werkstoffkunde: Strukturen, Eigenschaften, Prüfung*. Braunschweig : Friedr. Vieweg & Sohn Verlag, Springer, 2007.
9. **Carlowitz, Bodo.** *Kunststoff-Tabellen*. München Wien : Carl Hanser, 1995.
10. **ASTM International.** *ASTM F648-14, Standard Specification for Ultra-High-Molecular-Weight Polyethylene Powder and Fabricated Form for Surgical Implants*. West Conshohocken, PA : s.n., 2014.
11. **ISO/TC 150/SC 1 "Implantatwerkstoffe".** *DIN ISO 5834-1:2007-06: Implants for surgery - Ultra-high-molecular-weight polyethylene - Part 1: Powder form (ISO 5834-1:2005)*. 2007.

12. **Beurteilung von vernetztem UHMWPE hinsichtlich seiner Eignung als Implantatwerkstoff für Hüftgelenksschalen.** Berlin, D 83, Deutschland : http://www.uhmwpe.de/weitere_informationen.html, 23. Oktober 2013. Diplomarbeit.
13. **Markut-Kohl, Dipl.-Ing. Ruth.** *structure-properties correlations in PE-UHMW: influence of consolidation, crosslinking, sterilization, and in vivo use on hip implants.* Wien : s.n., 2012-Dissertation TU Wien.
14. **Beijing Chunlizhengda Medizinische Instrumente GmbH.** www.beijingchunli.com . [Online] Beijing Chunlizhengda Medizinische Instrumente GmbH, 25. 10 2013. [Zitat vom: 25. 03 2017.] <http://www.maxtie.com/ge/productInfo/fc9181e841ed05e30141ee882afd13fe.html>.
15. **Zwick.** www.zwick.de. [Online] Zwick, 26. 03 2017. <https://www.zwick.de/universalpruefmaschinen/allroundline-material-pruefmaschine>.
16. **EN ISO 527-1:2012: Plastics - Determination of tensile properties - Part 1: General principles.** 2012-06.
17. **ASTM International.** *ASTM D638-14, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.* West Conshohocken, PA : www.astm.org, 2014.
18. **Jürgen Ruge, Helmut Wohlfahrt.** *Tehnologie der Werkstoffe.* Wiesbaden, D : Friedrich Vieweg & Sohn Verlag, 2007.
19. **Steven M. Kurtz, Jude R. Fousls, Charles W. Jewett, Sanjeev Srivastav und A.Edidin, Avram.** [Buchverf.] **K. W. Leong.** *Biomaterials* 18(24), 1997, p.1659-1663. Great Britain : Elsevier Science Limited, 1997.
20. **C.Rodriguez, et al.** **Small punch test on the analysis of fracture behaviour of PLA-nanocomposite films.** *Polymer Testing.* 2013, Bd. 63.
21. **Clayton T. McKee, Ph.D., et al.** **Indentation Versus Tensile Measurements of Young's Modulus for Soft Biological Tissues.** *TISSUE ENGINEERING.* Volume 17, Number 3, 2011, Bd. B.
22. **Steven M. Kurtz, Ph.D.** **Small Punch Test for UHMW-PE.** skurtz@exponent.com. [Online] 09. 06 2016.

23. Wang, Shibo und Ge, Shirong. Jiangsu, 221008, China : Eslevier, 2007.

The mechanical property and tribological behavior of UHMWPE: Effect of molding pressure.

24. Ticona. www.hipolymers.com. [Online] 25. Januar 2017. [Zitat vom: 26. Januar 2017.]

[http://www.hipolymers.com.ar/pdfs/gur/disen/GUR%20\(PE-UHMW\).pdf](http://www.hipolymers.com.ar/pdfs/gur/disen/GUR%20(PE-UHMW).pdf).

25. <http://www.polytron-gmbh.de>. polytron-gmbh. [Online] polytron-gmbh, 10. Januar

2017. [Zitat vom: 15. Jänner 2017.] <http://www.polytron-gmbh.de/pe-uhmw.aspx>.

26. Schiwek, Frederik. hüftgelenk.org. [Online] 2017. [Zitat vom: 29. 03 2017.]

27. EN ISO 527-1:2012 *Plastics - Determination of tensile properties - Part 1: General principles*. 2012.

8 Anhang

8.1 Konstruktionszeichnungen

Die Matritze – „Die“

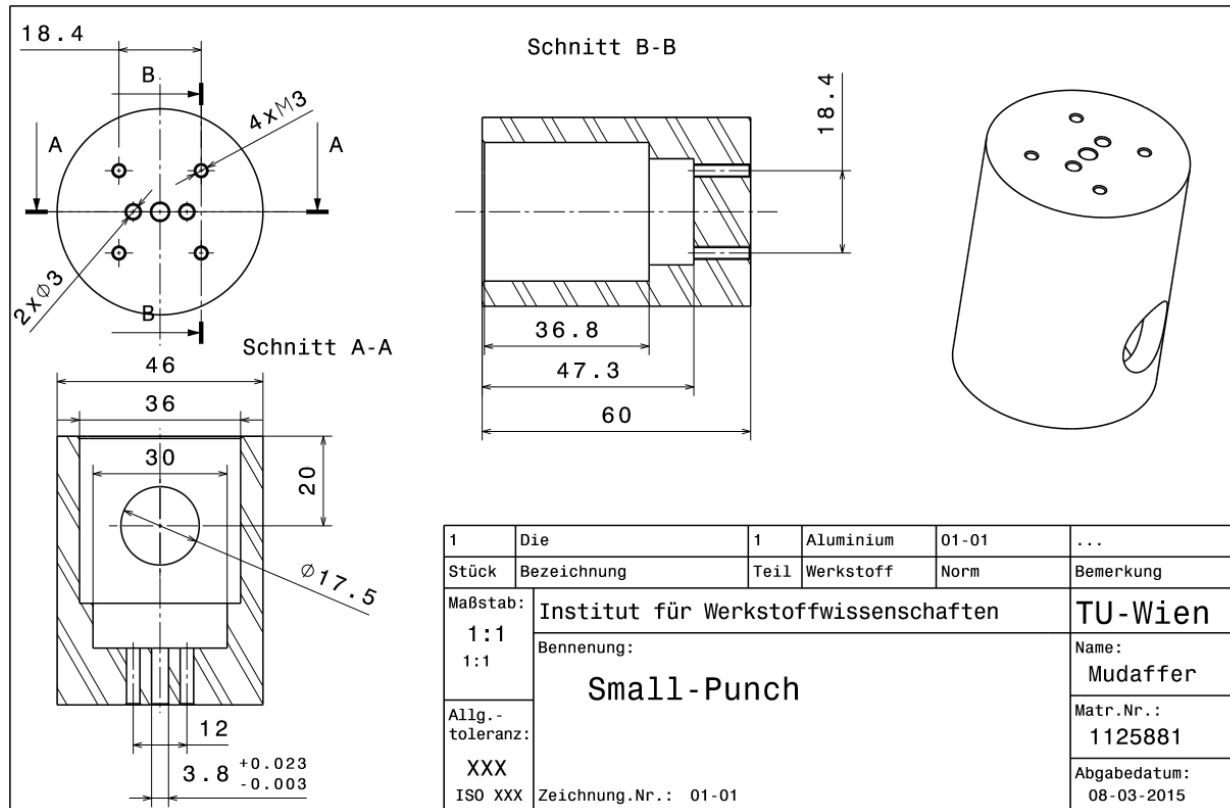


Abbildung 43: Konstruktionszeichnung Die

Anhang

Die Führung – „Guide“

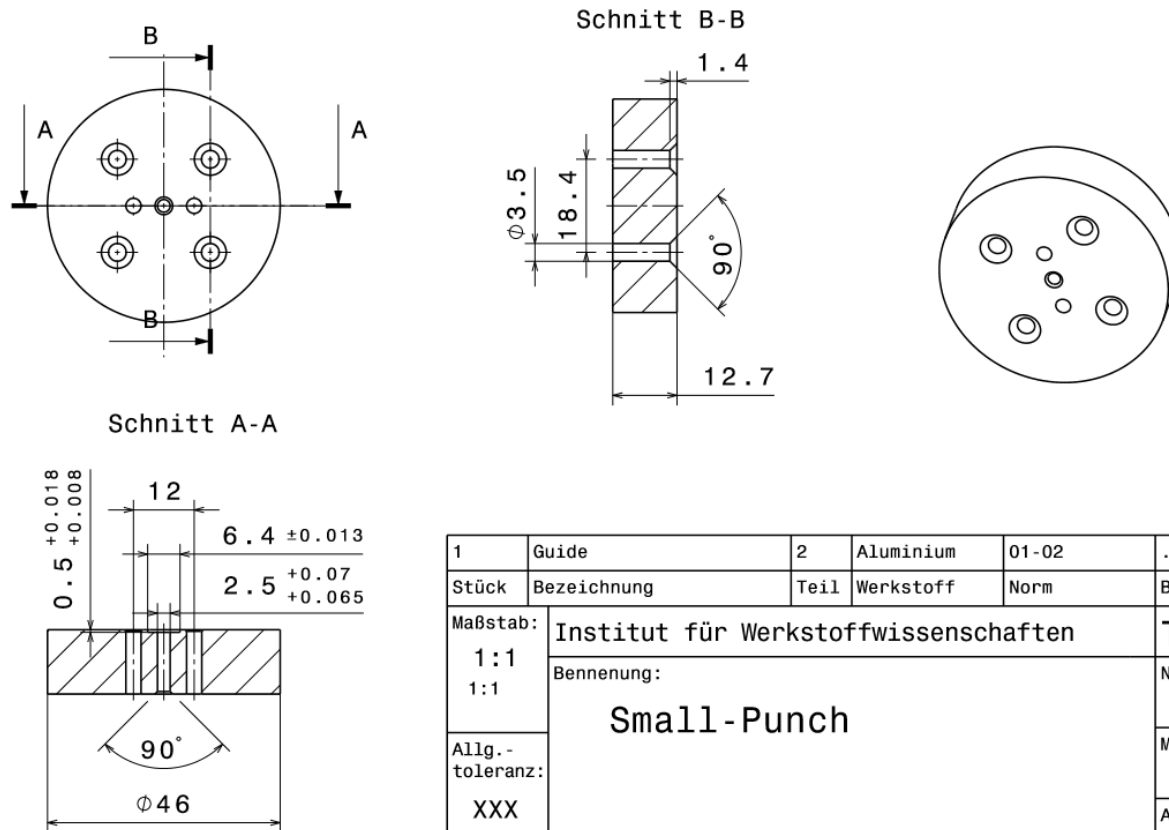
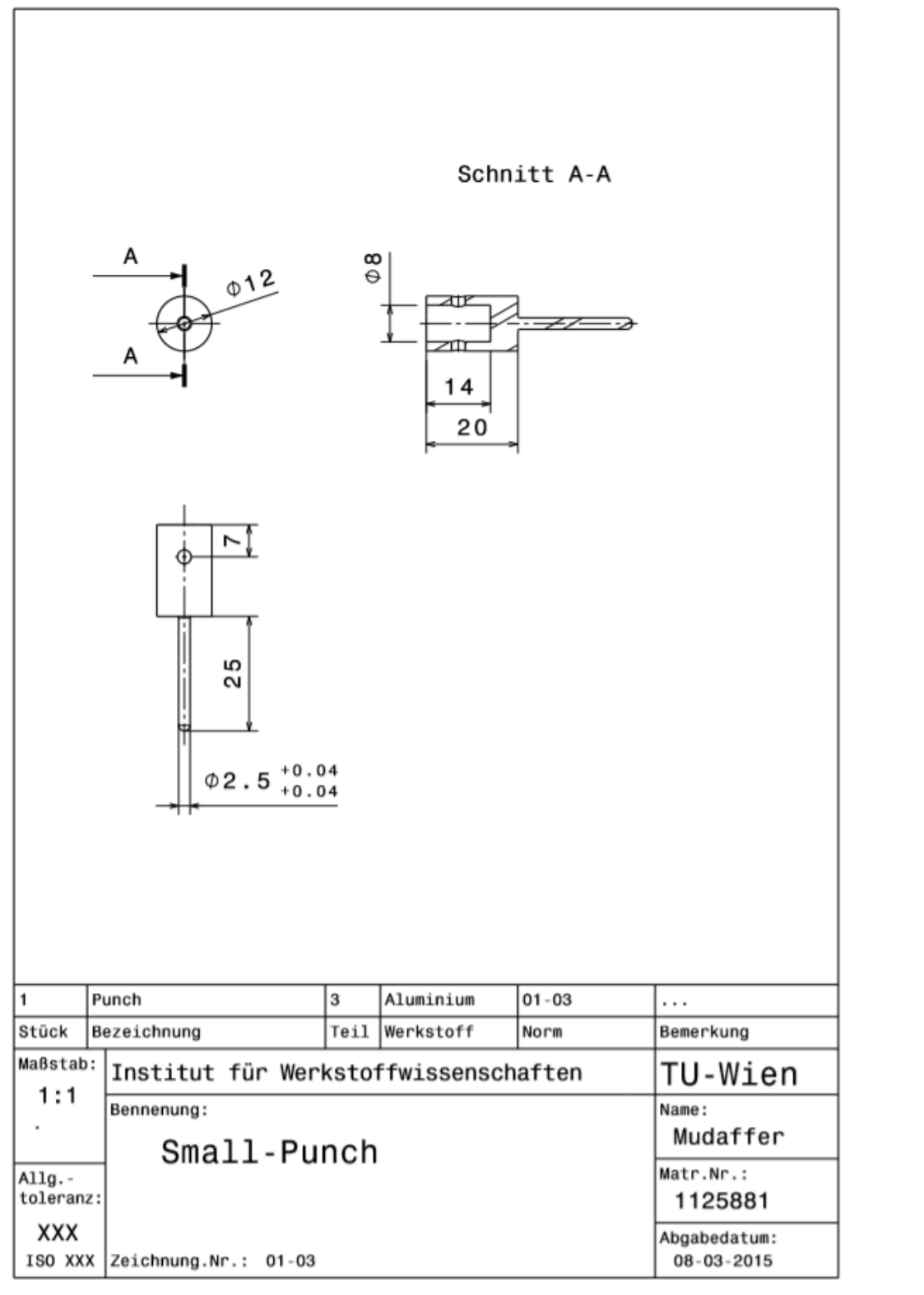


Abbildung 44: Konstruktionszeichnung Guide

Der Stempel – „Punch“



8.2 Datenblatt PE 100

**Product Technical Information**

Eltex® TUB 125 N2025 is a high-density polyethylene copolymer designed for the extrusion of pipes for gas applications. It is classified PE 100 in accordance with ISO 12162 based on ISO 9080 analysis.

Characteristics

- PE 100 Orange pipe compound

Applications

- Gas

Properties	Test Method	Value	Units
Physical			
Density (pigmented)	ISO 1183/A	952	kg/m ³
Melt Flow Rate (5 kg/190°C, Condition T)	ISO 1133	0.3	g/10min
Mechanical			
Tensile Strength @ Yield (23°C @ 50 mm/min)	ISO 527-2	25	MPa
Tensile Elongation @ Break (23°C @ 50 mm/min)	ISO 527-2	> 350	%
Tensile Modulus (23°C @ 1 mm/min)	ISO 527-2	1100	MPa
Thermal			
VICAT Softening Point (1 kg)	ISO 306	127	°C
Thermal Stability (OIT, 210°C)	ISO 10837	>20	min
Pigmentation			
Pigment Dispersion	ISO 18553	<3	Grade

The values given are typical values measured on the product. These values should not be considered as specifications.

September, 2006

Published by
INEOS Polyolefins



Eltex® TUB 125 N2025 Orange

Regulatory Information

The product and uses described herein may require global product registrations and notifications for chemical inventory listings, or for use in food contact or medical devices. For further information, send an email to psnohreg@innovene.com. Unless specifically indicated, the products mentioned herein are not suitable for applications in the medical or pharmaceutical sector.

Health and Safety Information

The product described herein may require precautions in handling. The available product health and safety information for this material is contained in the Material Safety Data Sheet (MSDS) that may be obtained from the website <http://techservice.innovene.com>. Before using any material, a customer is advised to consult the MSDS for the product under consideration for use.

Exclusion of Liability

Although INEOS POLYOLEFINS endeavours to ensure that all information and advice relating to our materials or other materials howsoever provided to you by INEOS POLYOLEFINS is accurate and up to date, no representation or warranty, express or implied is made by INEOS POLYOLEFINS as to its accuracy or completeness. All such information and advice is provided in good faith and INEOS POLYOLEFINS is not, to the maximum extent permitted by law, liable for any action you may take as a result of relying on such information or advice or for any loss or damage, including any consequential loss, suffered by you as a result of taking such action.

In addition data and numerical results howsoever provided to you by INEOS POLYOLEFINS are given in good faith and are general in nature. Data and numerical results are not and shall not be regarded as specifications and as such INEOS POLYOLEFINS is not, to the maximum extent permitted by law, liable for any action that you take as a result of relying on such data and results or for any loss or damage, including any consequential loss, suffered by you as a result of taking such action.

It remains at all times your responsibility to ensure that INEOS POLYOLEFINS materials are suitable for the particular purpose intended and INEOS POLYOLEFINS shall not be responsible for any loss or damage caused by misuse of INEOS POLYOLEFINS products. To the maximum extent permitted by law, INEOS POLYOLEFINS accepts no liability whatsoever arising out of the application, adaptation or processing of the products described herein, the use of other materials in lieu of INEOS POLYOLEFINS materials or the use of INEOS POLYOLEFINS materials in conjunction with such other materials.

September, 2006

Published by
INEOS Polyolefins

8.3 Datenblatt GUR 4120

CAMPUS® Datenblatt

GUR 4120 - (PE-UHMW)

Celanese

**Produkttext**

GUR 4120 UHMW-PE is a linear polyolefin resin in powder form with a molecular weight of approximately 5.0 MM g.mol calculated using Margolies' equation. The extremely high molecular weight of this resin yields several unique properties including superior abrasion resistance and highest impact strength of all standard grades. Outstanding properties include a low coefficient of friction that results in self-lubricating, non-stick surfaces after processing. The resin is normally processed by compression molding, ram extrusion or free sintering of porous parts.

Mechanische Eigenschaften	Wert	Einheit	Prüfnorm
Zug-Modul	720	MPa	ISO 527-1/-2
Streckspannung	17	MPa	ISO 527-1/-2
Streckdehnung	20	%	ISO 527-1/-2
Nominelle Bruchdehnung	>50	%	ISO 527-1/-2
Zug-Kriechmodul, 1h	460	MPa	ISO 899-1
Zug-Kriechmodul, 1000h	230	MPa	ISO 899-1
Thermische Eigenschaften	Wert	Einheit	Prüfnorm
Formbeständigkeitstemperatur, 1.80 MPa	42	°C	ISO 75-1/-2
Formbeständigkeitstemperatur, 0.45 MPa	65	°C	ISO 75-1/-2
Vicat-Erweichungstemperatur, 50°C/h 50N	80	°C	ISO 306
Längenausdehnungskoeffizient, parallel	200	E-6/K	ISO 11359-1/-2
Brennbarkeit bei nominal 1.5mm	HB	class	IEC 60695-11-10
geprüfte Probekörperdicke	1.6	mm	IEC 60695-11-10
Elektrische Eigenschaften	Wert	Einheit	Prüfnorm
Dielektrizitätszahl, 100Hz	2.1	-	IEC 60250
Dielektrizitätszahl, 1MHz	3	-	IEC 60250
Dielektr. Verlustfaktor, 100Hz	3.9	E-4	IEC 60250
Dielektr. Verlustfaktor, 1MHz	10	E-4	IEC 60250
Spezifischer Durchgangswiderstand	1E12	Ohm ² m	IEC 60093
Spezifischer Oberflächenwiderstand	1E12	Ohm	IEC 60093
Elektrische Durchschlagfestigkeit	45	kV/mm	IEC 60243-1
Vergleichszahl der Kriechwegbildung	600	-	IEC 60112
Andere Eigenschaften	Wert	Einheit	Prüfnorm
Wasseraufnahme	0.01	%	Ähnlich ISO 62
Feuchtigkeitsaufnahme	0.01	%	Ähnlich ISO 62
Dichte	930	kg/m ³	ISO 1183
Materialspezifische Eigenschaften	Wert	Einheit	Prüfnorm
Viskositätszahl	2400	cm ³ /g	ISO 307, 1157, 1628
Kennzeichnende Dichte, nur PE	930	kg/m ³	ISO 1872-1
Probekörperherstellbedingungen	Wert	Einheit	Prüfnorm
Pressen, Werkzeugtemperatur	210	°C	ISO 293
Pressen, Abkühlgeschwindigkeit	15	K/min	ISO 293

8.4 Datenblatt GUR 1020

Chirulen® 1020

Registered trademark of MedITECH

Compression Molded Form Data Sheet

Raw Material:Ticona GUR 1020

ISO Cell Designation: Thermoplast ISO 11542-PE-UHMW QD, 2-2-2

ASTM Cell Designation: S-UHMW-PE0111A111

MED-403-A1

Chirulen 1020

Revision 4

29-Sep-11



*Medical Grade PE-UHMW for surgical implants according to ISO 5834-1-e2007,Type 1; ISO 5834-2-2006,Type 1; and ASTM F 648-10a,Type 1

Characteristics of Base Resin: (Source, Ticona®)	Unit	ISO Standard	Required	Avg Typ Values	ASTM Standard	Required	Avg Typ Values
Titanium, trace element; maximum	[mg/kg]	5834-1	40	11	F 648	40	11
Aluminum, trace element; maximum	[mg/kg]	5834-1	20	3.5	F 648	20	3.5
Calcium, trace element; maximum	[mg/kg]	5834-1	5	3	F 648	5	3
Chlorine, trace element; maximum	[mg/kg]	5834-1	30	10	F 648	30	10
Extraneous Particles; maximum	[-]	5834-1	3	0-1	F 648	3	0-1
Glass Transition Temperature Tg	[°C]	3146	na	-110	ISO 3146	na	-110
Crystallization Temperature Range Tc (20-160°C)	[°C]	3146	na	134.5 - 142.5	ISO 3146	na	134.5 - 142.5
Oxidation Induction Time To, conducted @ 200 °C	seconds	ASTM D 3895	na	55.32	D 3895	na	55.32
Ash particles, Maximum	[mg/kg]	ISO 3451-1	125	45	ISO 3451-1	125	45
Average Particle Size (Typical)	[mm]	D50	≤16 Sieve	150	D50	≤16 Sieve	150
Average molecular wt [molar mass] according to: Data supplied by Ticona, converted from [IV]	[g/mol*10 ⁴]	11534-1	na	5.166- 5.415	D 4020	na	3.121- 3.254
	[g/mol*10 ⁴]	Margolies'	na	4.454 - 4.661			
Elongational stress Flow Value; F(150/10) minimum	[MPa]	5834-1	≥0.2	0.23	D-4020	≥0.2	0.23
Viscosity Number [RSV]	[mL/g]	5834-1	2000-3200	2197 - 2276	D-4020	2000-3200	2197 - 2276
Porosity; (Bulk Density)	g/cm ³	DIN 53 479	na	.43 - .44	D 1895	na	.43 - .44
Crystallinity; DSC, (1st heat, 20C - 160C)	[%]	3146	na	66.89 - 70.23	D 3417	na	66.89 - 70.23

Conformances: Resin & Fabricated Forms; (Ticona Data)	Optional Processing Available:	*Sterilization (Industry Standard)	
USP Class VI Biocompatibility	-Ram Extruded Shapes	Ethylene Oxide	Yes
ISO 10993 Cytotoxicity	-Additive Blended / Compounded	Gas Plasma	Yes
Drug Master File -DMF, EU	-Gamma Cross-Linking	Gamma [inert atmosphere]	Yes
Drug Master File -DMF, USA	-Inert Atmosphere Processing	Superheated steam 121	No
Device Master File - MAF	-Pre-forming and Cut Blocks	Superheated steam 134	No
ISO 5834-1-2005 and 5843-2-2006	-High Temperature Thermal Cross-Linking		
ASTM F 648-07e1			
		*Not conducted by MedITECH	

Characteristics of This Annealed, Fabricated Form	Unit	ISO Standard	Required	Avg Typ Values	ASTM Standard	Required	Avg Typ Values
Density, (Annealed Material)	[kg/m ³]	1183	927 - 944	936 / 1	D792/D1505	927-944	936 / 1
Tensile stress at yield [tensile strength]	[MPa]	527	≥21	22.8 / 0.4	D 638	≥21	22.1 / 0.4
Tensile stress at break [ultimate tensile strength]	[MPa]	527	≥35	51.1 / 2.5	D 638	≥40	55.6 / 4.2
Elongation Percent at break	[%]	527	≥300	417 / 18	D 638	≥300	467 / 32
Tensile (Young's) modulus; 2mm thick specimens: ASTM Type IV @ 2 mm and ISO Type 5 @ 2 mm	[MPa]	527	na	660 / 37	D 638	na	500 / 32
Notched Impact Strength at 23°C (Charpy, Izod)	[kJ/m ²]	11542-2	180	187 / 5.8	F 648	126	150 / 6
Shore hardness D-scale, 15 s value	[-]	868	≥60	67 / 1	D 2240	≥60	67 / 1
Poisson's Ratio (*Data supplied by Ticona)	[-]	5834-2	*0.46	*0.46	F 648	*0.46	*0.46
Crystallinity; DSC, (1st heat, 20C - 160C)	[%]	3146	na	>57	D 3417	na	>57
Water absorption at 23 °C until saturation	[%]	62	<0.1	<0.05	D 570	<0.1	<0.05

Thermal Properties (Fabricated Form)							
Melting Point DSC, 10K/min	[°C]	3146	na	137.3 / 0.2	D 3417	na	137.3 / 0.2
Vicat softening point, 10N, 50 C/Hr	[°C]	306	na	134	D 1525 B	na	134
Coef. of Linear thermal expansion; 23 °C to 80 °C	K ⁻¹	11359	na	1.8*10 ⁻⁴	D 696	na	1.8*10 ⁻⁴
Heat Deflection T: HDT/A [1.8 MPa] 66psi/264psi	[°C]	75 pt 1/2	na	[42]	D 648	na	[42]
Thermal Conductivity	[W/(m*K)]	DIN 52612	na	approx. 0.4	DIN 52612	na	approx. 0.4
Glass Transition Temperature Tg	[°C]	DSC	na	-110	DSC	na	-110
Crystallization Temperature Range Tc (20-160°C)	[°C]	DSC	na	126.21 - 143.54	DSC	na	126.21 - 143.54
Oxidation Induction Time To, conducted @ 200 °C	seconds	ASTM D 3895	na	18.72	D 3895	na	18.72
Ash particles, maximum	[mg/kg]	ISO 3451-1	150	60 - 90	ISO 3451-1	150	60 - 90

Ageing Performance Test Results: (ASTM F2101-01); Shelf aged 1 Year in Air Results: Surface Oxidation Index 0.00; Bulk Oxidation Index 0.00

Notice to users: The information on this sheet can not be construed as a promise or guarantee of specific product properties or performance. Any determination of the suitability of a particular material and part design for any use contemplated by the user is the sole responsibility of the user. The information contained in this technical data sheet is based on present knowledge, and may be subject to change without notice.

THE SELLER MAKES NO WARRANTIES, EXPRESS OR IMPLIED, INCLUDING, BUT NOT LIMITED TO, THE IMPLIED WARRANTIES OF MERCHANTABILITY AND FITNESS FOR A PARTICULAR APPLICATION.

MedITECH shall not be liable and the customer assumes all risk and liability for any use or handling of any material beyond MedITECH's direct control. Full-scale testing and end product performance are the responsibility of the user. Nothing contained herein is to be considered as permission, recommendation, nor as an inducement to practice any patented invention without permission of the patent owner.

IMPORTANT: Most plastics will ignite and sustain flame under certain conditions. Caution is urged where any material may be exposed to open flame or heat-generating equipment. Use Material Safety Data Sheets to determine auto-ignition and flashpoint temperatures of materials, or consult MedITECH if additional information is needed.

MedITECH®: Quadrant Website & Location Addresses	MedITECH® - Quadrant USA: Fort Wayne, Indiana	MedITECH® - Quadrant France: Balan
For a complete list; locations, contacts, capabilities:	MedITECH® - Quadrant Deutschland GmbH; Vreden	MedITECH® - Quadrant Japan: Tokyo
Log onto www.meditechpolymers.com	MedITECH® - Quadrant United Kingdom: Lancashire	MedITECH® - Quadrant China: Shanghai

8.5 Datenblatt GUR 1050

Chirulen® 1050

Registered trademark of MediTECH

Compression Molded Form Data Sheet

MED-403-A3

Raw Material:Ticona GUR 1050

ISO Cell Designation: Thermoplast ISO 11542-PE-UHMW QD, 2-2-2

ASTM Cell Designation: S-UHMW-PE0111A111

Chirulen 1050

Revision 4

29-Sep-11



MEDICAL POLYMERS

* Medical Grade PE-UHMW for surgical implants according to ISO 5834-1-e2007, Type 2; ISO 5834-2-2006, Type 2; and ASTM F 648-10a, Type 2

Characteristics of Base Resin: (Source, Ticona®)	Unit	ISO Standard	Required	Avg Typ Values	ASTM Standard	Required	Avg Typ Values
Titanium, trace elements; maximum	[mg/kg]	5834-1	40	10.6	F 648	40	10.6
Aluminum, trace elements; maximum	[mg/kg]	5834-1	20	3.3	F 648	20	3.3
Calcium, trace elements; maximum	[mg/kg]	5834-1	5	2	F 648	5	2
Chlorine, trace elements; maximum	[mg/kg]	5834-1	30	10	F 648	30	10
Extraneous Particles; maximum	[-]	5834-1	3	0-1	F 648	3	0-1
Glass Transition Temperature Tg	[°C]	3146	na	-110	ISO 3146	na	-110
Crystallization Temperature Range Tc (20-160°C)	[°C]	3146	na	134.5 - 142.5	ISO 3146	na	134.5 - 142.5
Oxidation Induction Time To, conducted @ 200 °C	seconds	ASTM D 3895	na	55.32	D 3895	na	55.32
Ash particles, Maximum	[mg/kg]	ISO 3451-1	125	38	ISO 3451-1	125	38
Average Particle Size (Typical)	[mm]	D50	≤16 Sieve	152	D50	≤16 Sieve	152
Average molecular wt [molar mass] according to:	[g/mol*10 ⁴]	11534-1	na	9.749 to 10.266	D 4020	na	5.490 to 5.748
Data supplied by Ticona, converted from [IV]	[g/mol*10 ⁴]	Margolies'	na	8.234 to 8.656			
Elongational stress Flow Value: F(150/10) minimum	[MPa]	5834-1	≥42	0.49	D-4020	≥42	0.49
Viscosity Number [RSV]	[mL/g]	5834-1	≥3200	3532 to 3677	D-4020	≥3200	3532 to 3677
Porosity; (Bulk Density)	[g/cm ³]	DIN 53 479	na	.43 to .44	D 1895	na	.43 to .44
Crystallinity; DSC, (1st heat, 20C - 160C)	[%]	3146	na	49 - 58	D 3417	na	49 - 58

Conformances: Resin & Fabricated Forms; (Ticona Data)

Optional Processing Available:

*Sterilization (Industry Standard)

USP Class VI Biocompatibility	Yes	-Ram Extruded Shapes	Ethylene Oxide	Yes
ISO 10993 Cytotoxicity	Yes	-Additive Blended / Compounded	Gamma Plasma	Yes
Drug Master File -DMF, EU	10916	-Gamma Cross-Linking	Gamma [inert]	Yes
Drug Master File -DMF, USA	10904	-Inert Atmosphere Processing	Superheated steam 121	No
Device Master File - MAF	588	-Pre-forming and Cut Blocks	Superheated steam 134	No
ISO 5834-1-2005 and 5843-2-2006	Type 2	-High Temperature Thermal Cross-Linking		
ASTM F 648-07e1	Type 2			

*Not conducted by MediTECH

Characteristics of This Annealed, Fabricated Form	Unit	ISO Standard	Required	Avg Typ Values	ASTM Standard	Required	Avg Typ Values
Density, (Annealed Material)	[kg/m ³]	1183	927 - 944	932 / 1.1	D792/D1505	927-944	932 / 1.1
Tensile stress at yield [tensile strength]	[MPa]	527	≥19	22.0 / 0.4	D 638	≥19	21.4 / 0.4
Tensile stress at break [ultimate tensile strength]	[MPa]	527	≥40	50.3 / 2.6	D 638	≥40	50.8 / 3.3
Elongation Percent at break	[%]	527	≥340	362 / 13	D 638	≥340	418 / 22
Tensile (Young's) modulus; 2mm thick specimens:	[MPa]	527	na	618 / 26	D 638	na	461 / 26
ASTM Type IV @ 2 mm and ISO Type 5 @ 2 mm							
Notched Impact Strength at 23°C (Charpy, Izod)	[kJ/m ²]	11542-2	90	100.5 / 3.2	F 648	73	93.9 / 4.4
Shore hardness D-scale, 15 s value	[-]	868	≥60		D 2240	≥60	67 / 1
Poisson's Ratio (*Data supplied by Ticona)	[-]	5834-2	*0.46	*0.46	F 648	*0.46	*0.46
Crystallinity; DSC, (1st heat, 20C - 160C)	[%]	3146	na	>55	D 3417	na	>55
Water absorption at 23°C until saturation	[%]	62	<0.1	<0.05	D 570	<0.1	<0.05

Thermal Properties (Fabricated Form)

Melting Point DSC, 10K/min	[°C]	3146	na	136.2 / 0.2	D 3417	na	136.2 / 0.2
Vicat softening point, 10N, 50 C/Hr	[°C]	306	na	135	D 1525 B	na	135
Coef. of Linear thermal expansion; 23 °C to 80 °C	K ⁻¹	11359	na	1.8*10 ⁻⁴	D 696	na	1.8*10 ⁻⁴
Heat Deflection T: HDT/A [1.8 MPa] 66psi/264psi	[°C]	75 pt 1/2	na	[45]	D 648	na	82 / 48
Thermal Conductivity	[W/(m*K)]	DIN 52612	na	approx. 0.4	DIN 52612	na	approx 0.4
Glass Transition Temperature Tg	[°C]	DSC	na	-110	DSC	na	-110
Crystallization Temperature Range Tc (20-160°C)	[°C]	DSC	na	128.72 - 144.10	DSC	na	128.72 - 144.10
Oxidation Induction Time To, conducted @ 200 °C	minutes	ASTM D 3895	na	15.618	D 3895	na	15.618
Ash particles, maximum	[mg/kg]	ISO 3451-1	150	30 - 70	ISO 3451-1	150	30 - 70

Ageing Performance Test Results: (ASTM F2101-01); Shelf aged 1 Year in Air Results: Surface Oxidation Index 0.00; Bulk Oxidation Index 0.00

Notice to users:

The information on this sheet can not be construed as a promise or guarantee of specific product properties or performance. Any determination of the suitability of a particular material and part design for any use contemplated by the user is the sole responsibility of the user. The information contained in this technical data sheet is based on present knowledge, and may be subject to change without notice.

The SELLER MAKES NO WARRANTIES, EXPRESS OR IMPLIED, INCLUDING, BUT NOT LIMITED TO, THE IMPLIED WARRANTIES OF MERCHANTABILITY AND FITNESS FOR A PARTICULAR APPLICATION.

MediTECH shall not be liable and the customer assumes all risk and liability for any use or handling of any material beyond MediTECH's direct control. Full-scale testing and end product performance are the responsibility of the user. Nothing contained herein is to be considered as permission, recommendation, nor as an inducement to practice any patented invention without permission of the patent owner.

IMPORTANT: Most plastics will ignite and sustain flame under certain conditions. Caution is urged where any material may be exposed to open flame or heat-generating equipment. Use Material Safety Data Sheets to determine auto-ignition and flashpoint temperatures of materials, or consult MediTECH if additional information is needed.

MediTECH® - Quadrant Website & Location Addresses

For a complete list; locations, contacts, capabilities:

Log onto www.meditechpolymers.com

MediTECH® - Quadrant USA: Fort Wayne, Indiana

MediTECH® - Quadrant Deutschland GmbH; Vreden

MediTECH® - Quadrant United Kingdom; Lancashire

MediTECH® - Quadrant France: Balaz

MediTECH® - Quadrant Japan; Tokyo

MediTECH® - Quadrant China; Shanghai

8.6 Versuchsergebnisse Small Punch

8.6.1 GUR 1050, Versuchsreihe 1, gescheitert

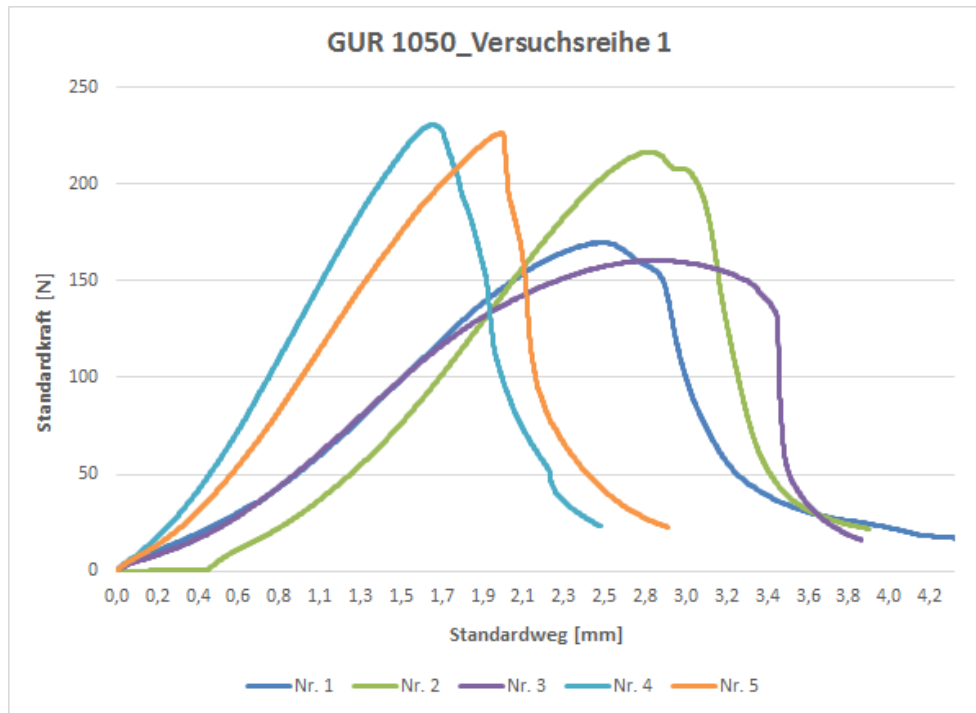


Diagramm 28: Small Punch, GUR 1050 Versuchsreihe 1

8.6.2 GUR 1020, Versuchsreihe 1, gescheitert

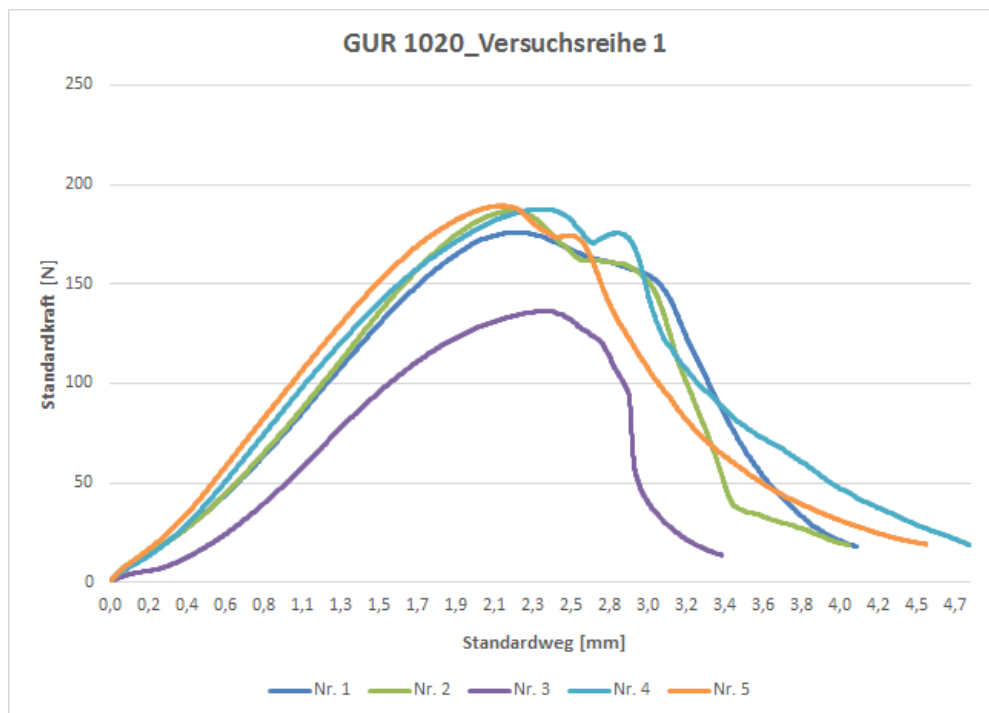


Diagramm 29: Small Punch, GUR 1020, Versuchsreihe 1

8.6.3 GUR 1020 + Vitamin E

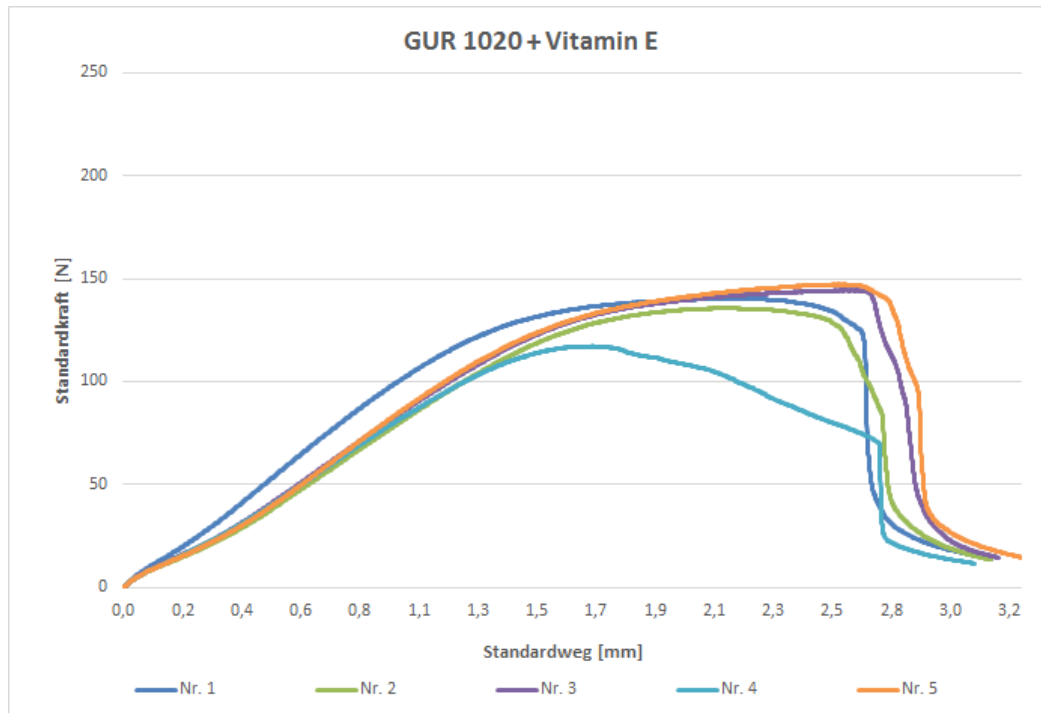


Diagramm 30: Small Punch, GUR 1020 + Vitamin E

8.6.4 PE 100, erfolgreich

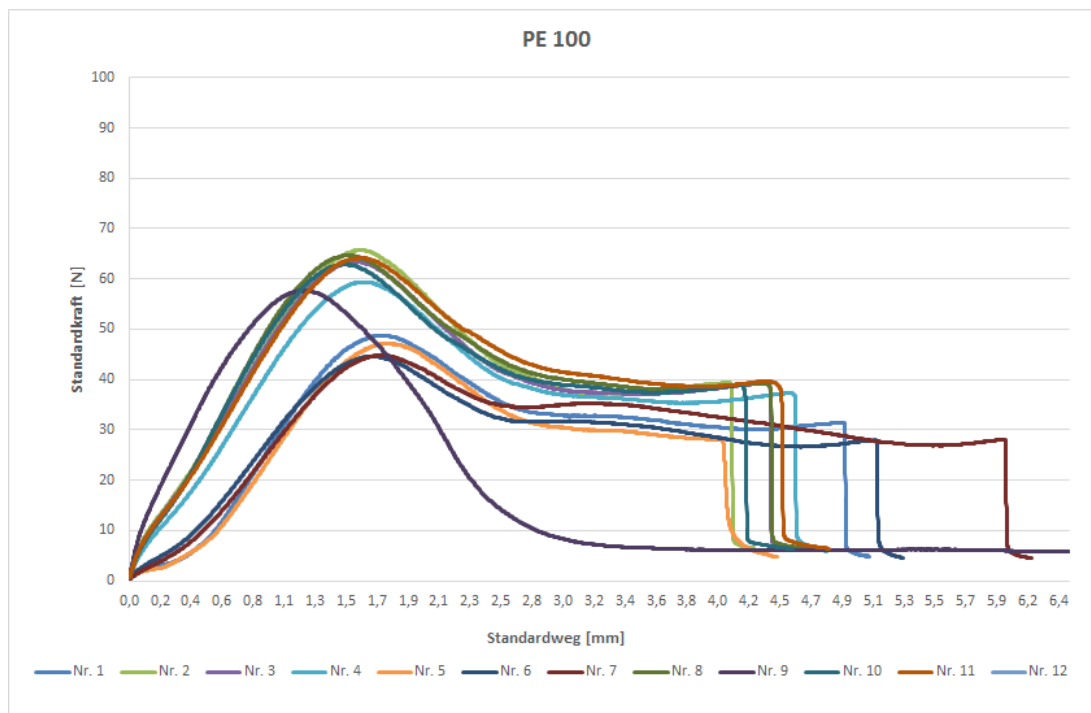


Diagramm 31: Small Punch, PE 100

8.6.5 GUR 1020 gealtert, erfolgreich

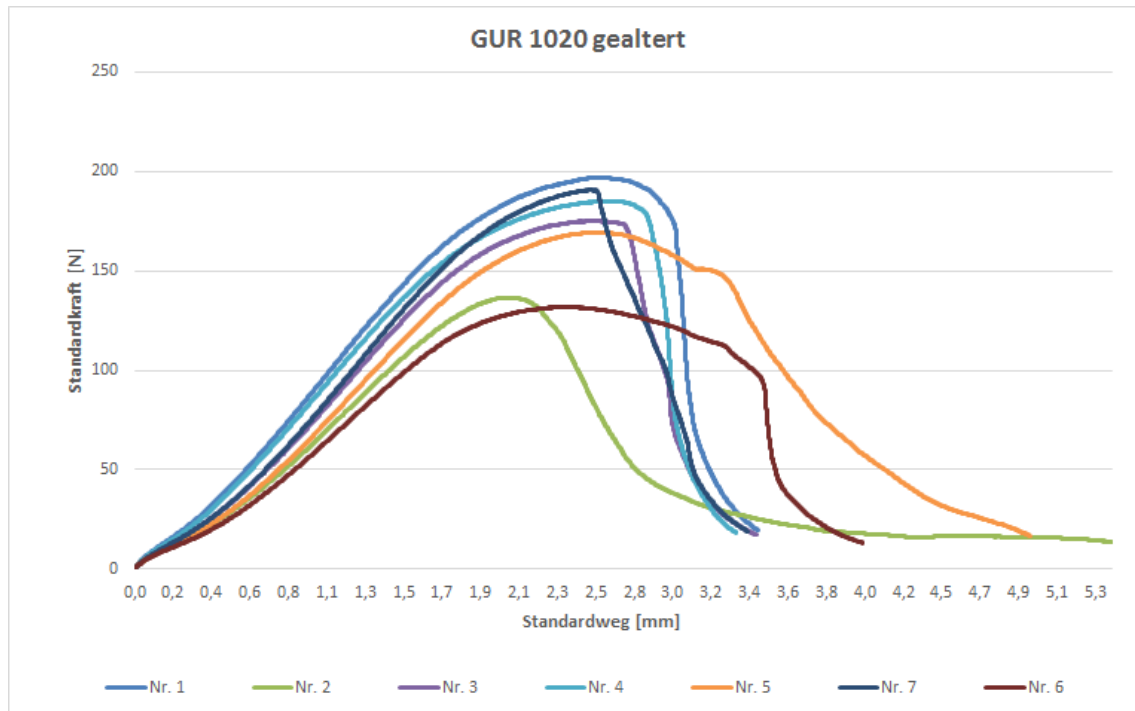


Diagramm 32: Small Punch, GUR 1020 gealtert

8.6.6 GUR 1050, Versuchsreihe 2, erfolgreich

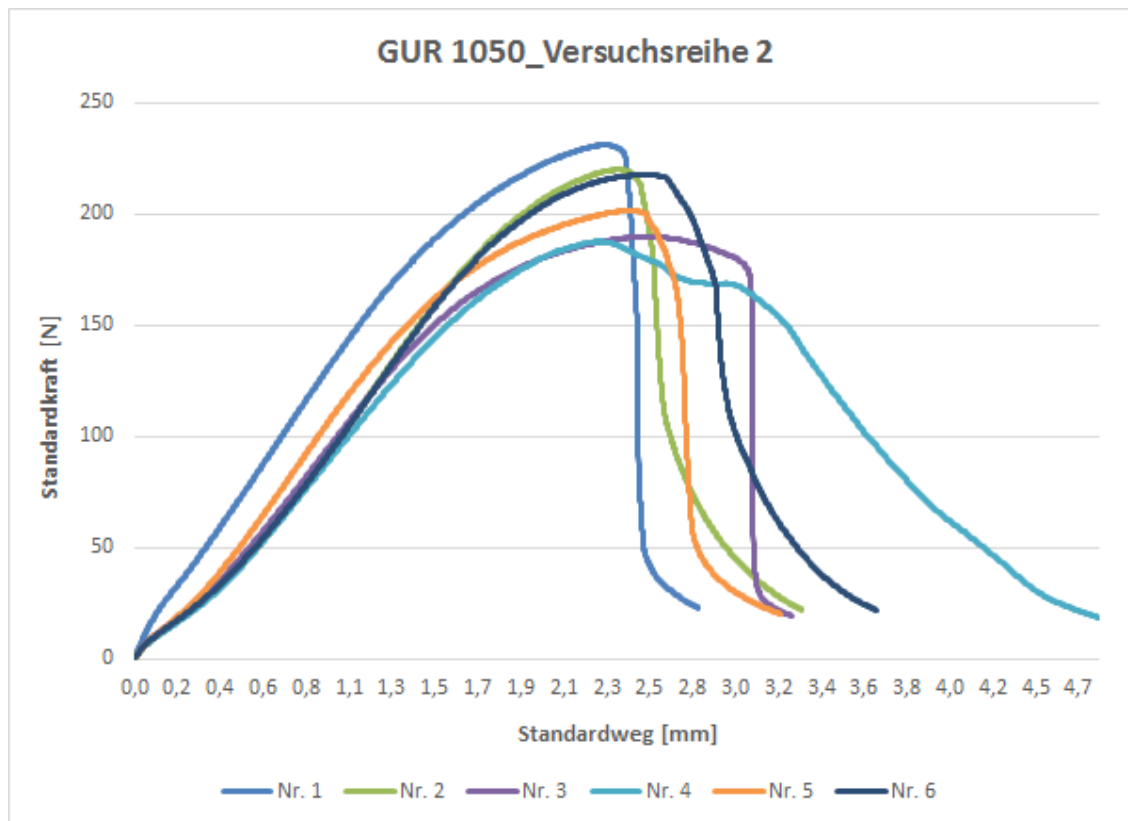


Diagramm 33: Small Punch, GUR 1050, Versuchsreihe 2

8.7 Versuchsergebnisse, Zugversuch

8.7.1 PE 100, Dehnrage: 0,5mm/min

Probengeometrie: Rechtecks Querschnitt mit den Seitenlängen 0,94mm x 2,0mm für Probe 1 und 0,9mm x 1,97mm für Probe 2

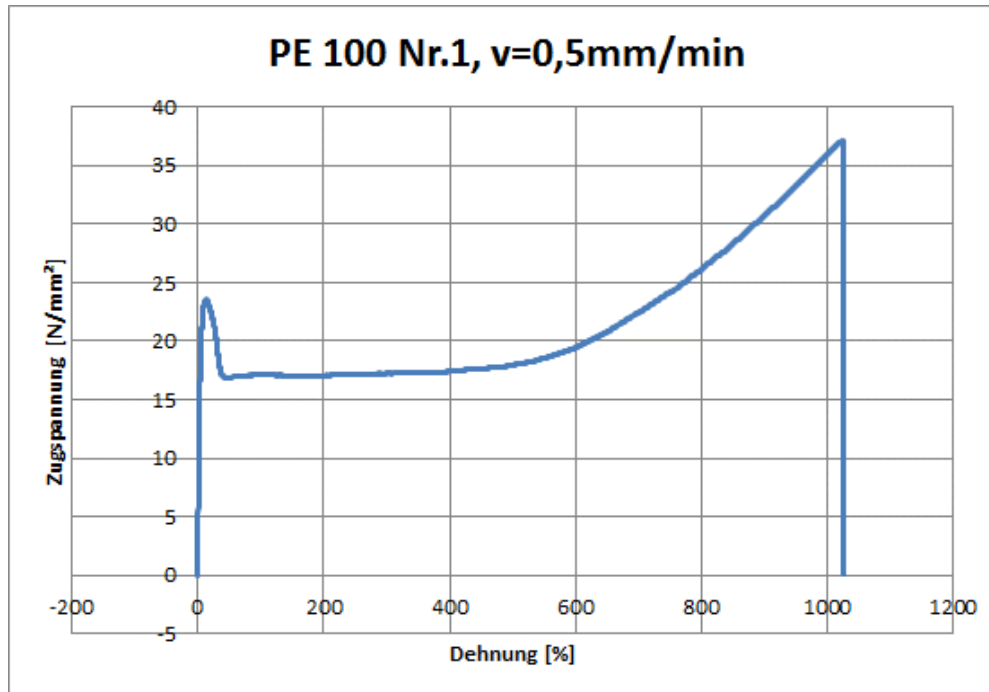


Diagramm 34: Zugversuch, PE 100 Nr.1, v=0,5mm/min

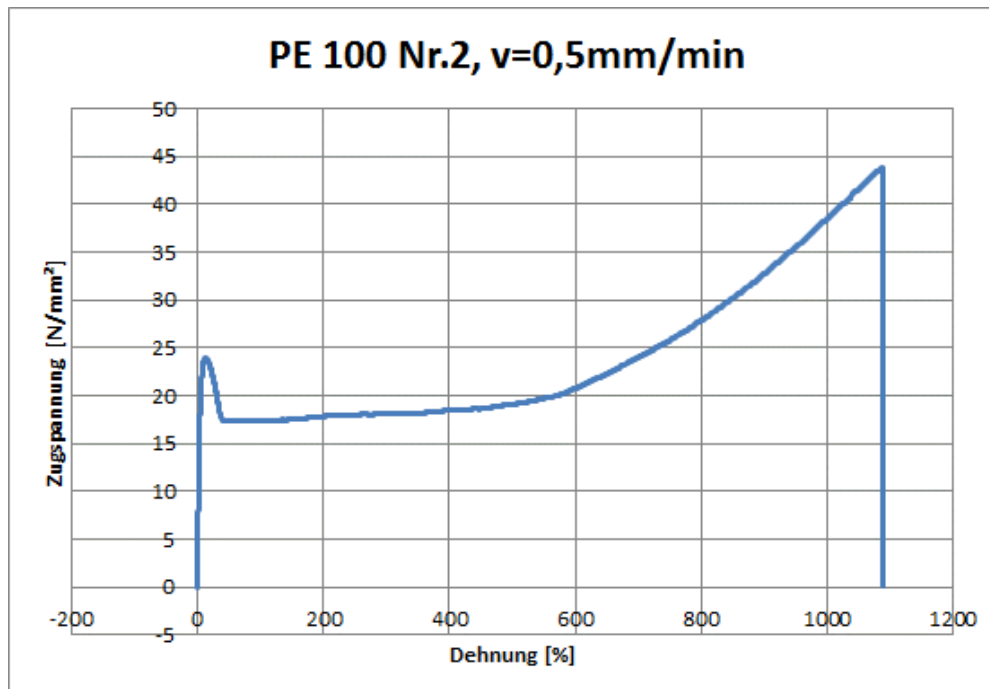


Diagramm 35: Zugversuch, PE 100 Nr.2, v=0,5mm/min

8.7.2 PE 100, Dehnrate: 0,5mm/min, Versuchsabbruch bei 100% Dehnung

Probengeometrie: Rechtecks Querschnitt mit den Seitenlängen 0,9mm x 1,97mm für Probe 3 und 0,95mm x 1,97mm für Probe 4

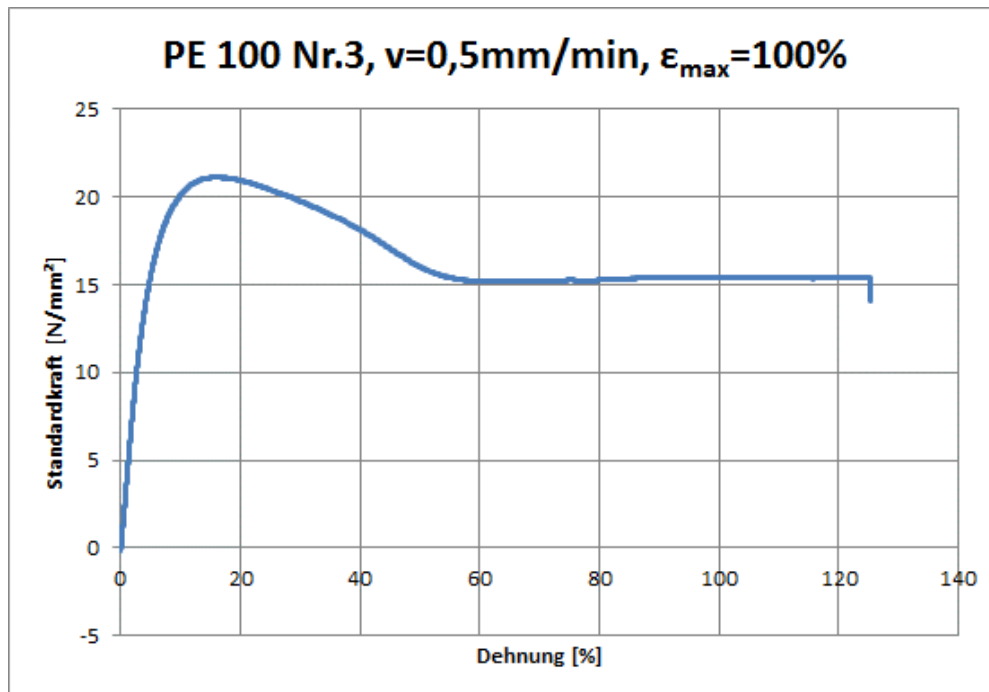


Diagramm 36: Zugversuch, PE 100 Nr.3, $v=0,5\text{mm/min}$, bis 100% Dehnung

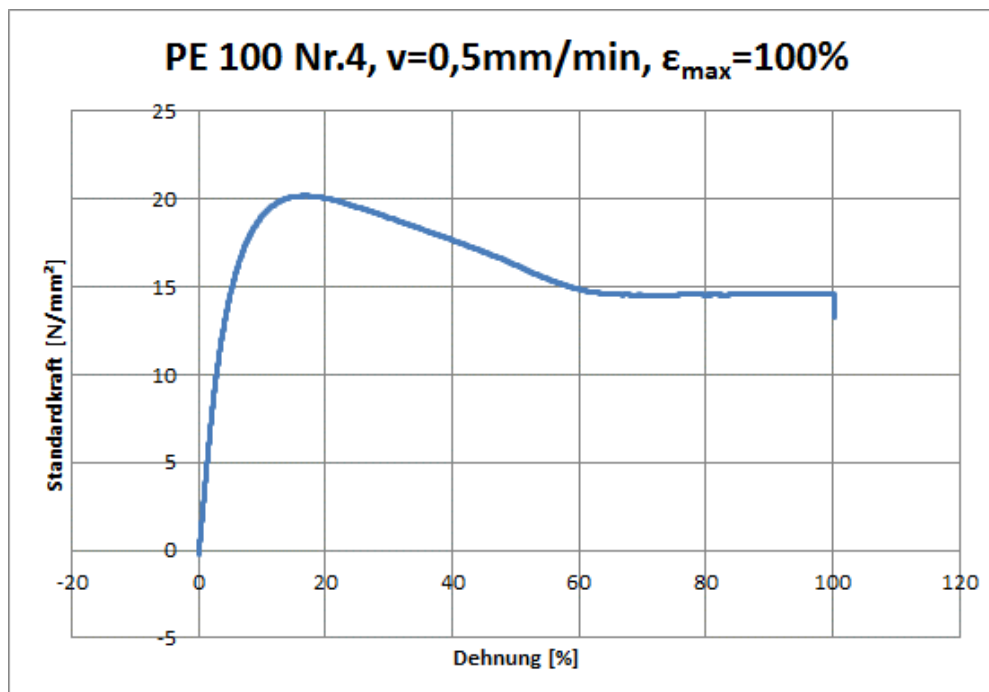


Diagramm 37: Zugversuch, PE 100 Nr.4, $v=0,5\text{mm/min}$, bis 100% Dehnung

8.7.3 PE 100, Dehnrate: 10mm/min

Probengeometrie: Rechtecks Querschnitt mit den Seitenlängen 1,3mm x 2,03mm für Probe 5 und 1,3mm x 2,03mm für Probe 6

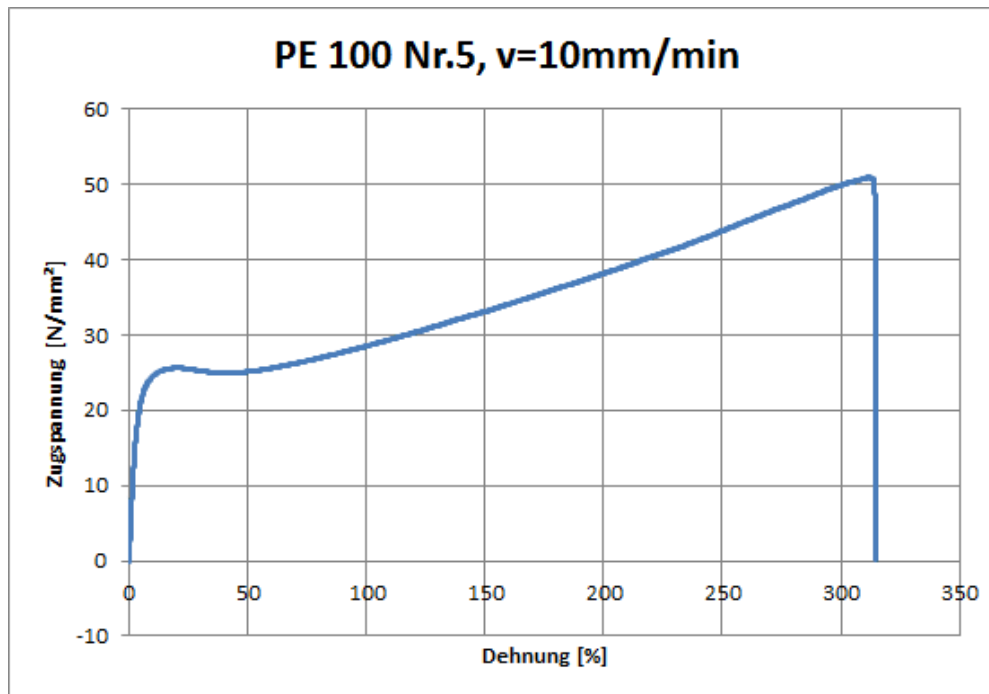


Diagramm 38: Zugversuch, PE 100 Nr.5, v=10mm/min

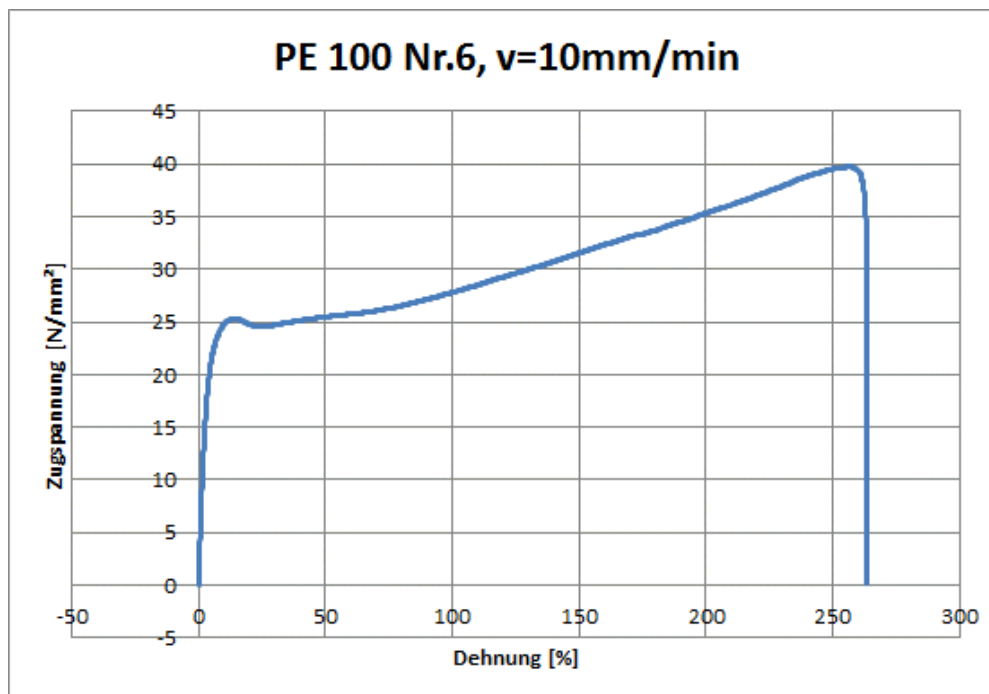


Diagramm 39: Zugversuch, PE 100 Nr.6, v=10mm/min

8.7.4 PE 100, Dehnrate: 10mm/min, Versuchsabbruch bei 100% Dehnung

Probengeometrie: Rechtecks Querschnitt mit den Seitenlängen 1,3mm x 2,0mm für Probe 5 und 1,32mm x 1,99mm für Probe 6

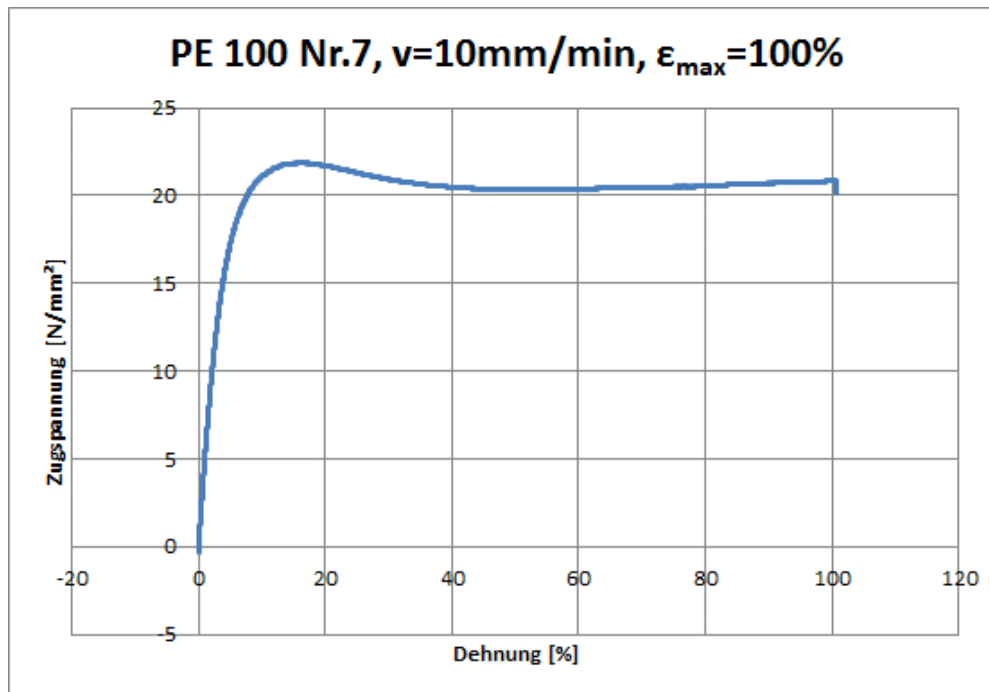


Diagramm 40: Zugversuch, PE 100 Nr.7, $v=10\text{mm/min}$, bis 100% Dehnung

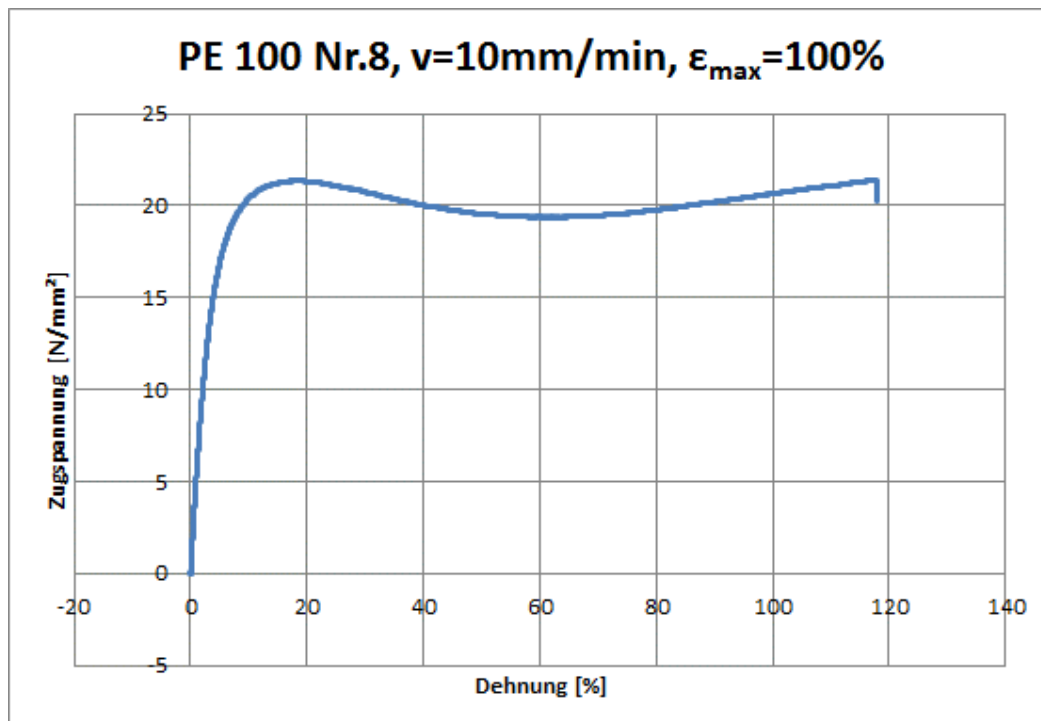


Diagramm 41: Zugversuch, PE 100 Nr.8, $v=10\text{mm/min}$, bis 100% Dehnung

8.7.5 GUR 1020, Dehnrate: 0,5mm/min

Probengeometrie: Rechtecks Querschnitt mit den Seitenlängen 1,2mm x 1,94mm für Probe 1 und 1,18mm x 1,96mm für Probe 2

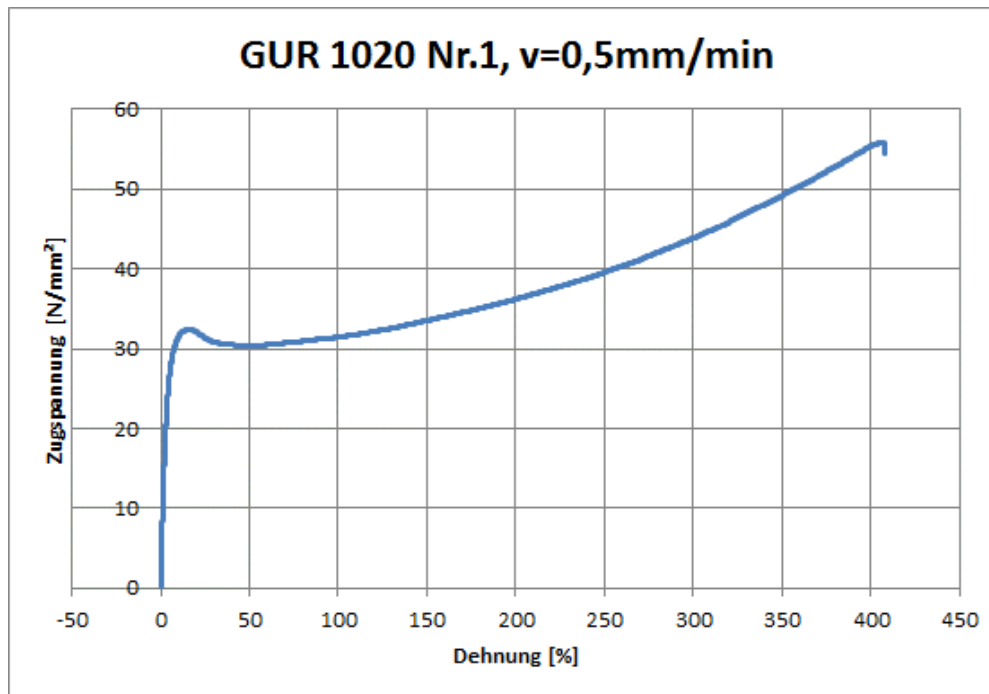


Diagramm 42: Zugversuch, GUR 1020 Nr.1, v=0,5mm/min

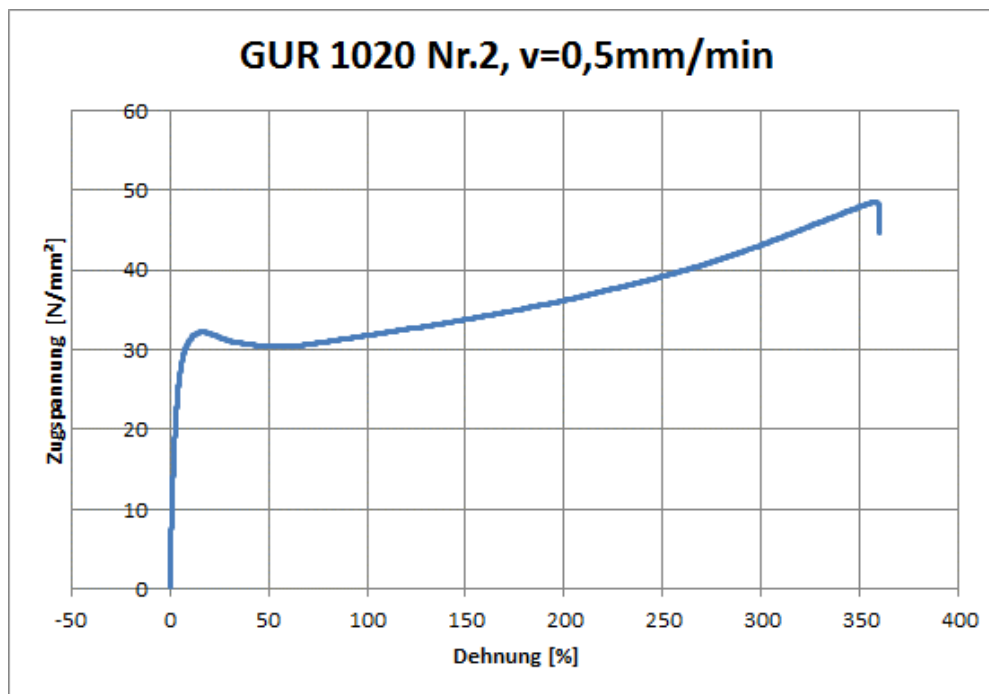


Diagramm 43: Zugversuch, GUR 1020 Nr.2, v=0,5mm/min

Probengeometrie: Rechtecks Querschnitt mit den Seitenlängen 1,1mm x 2,0mm für Probe 3 und 1,1mm x 2,0mm für Probe 4

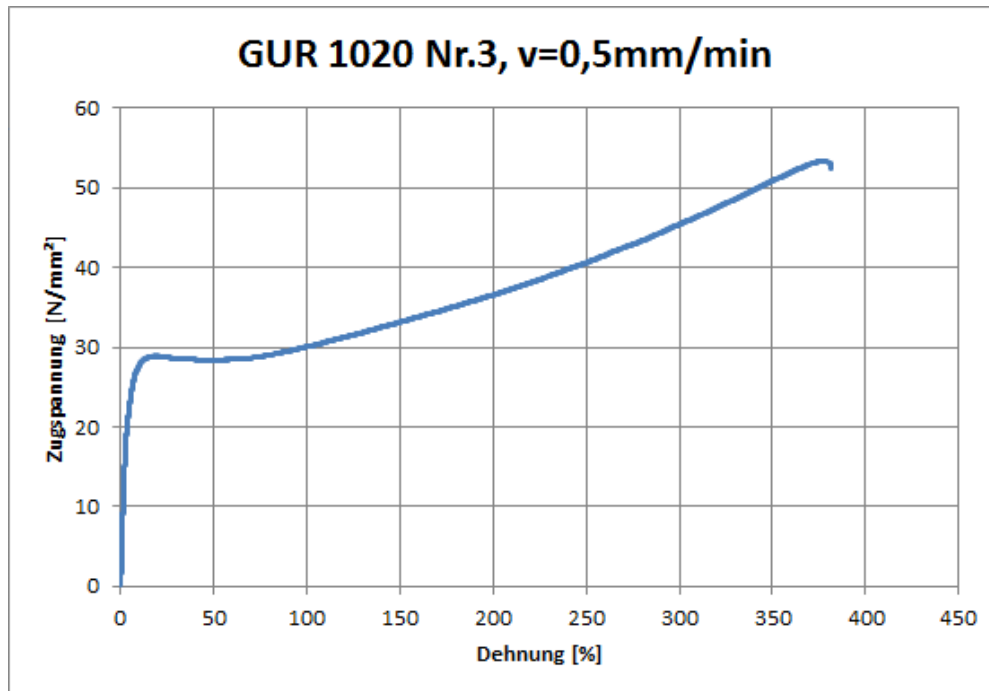


Diagramm 44: Zugversuch, GUR 1020 Nr.3, $v=0,5\text{mm/min}$

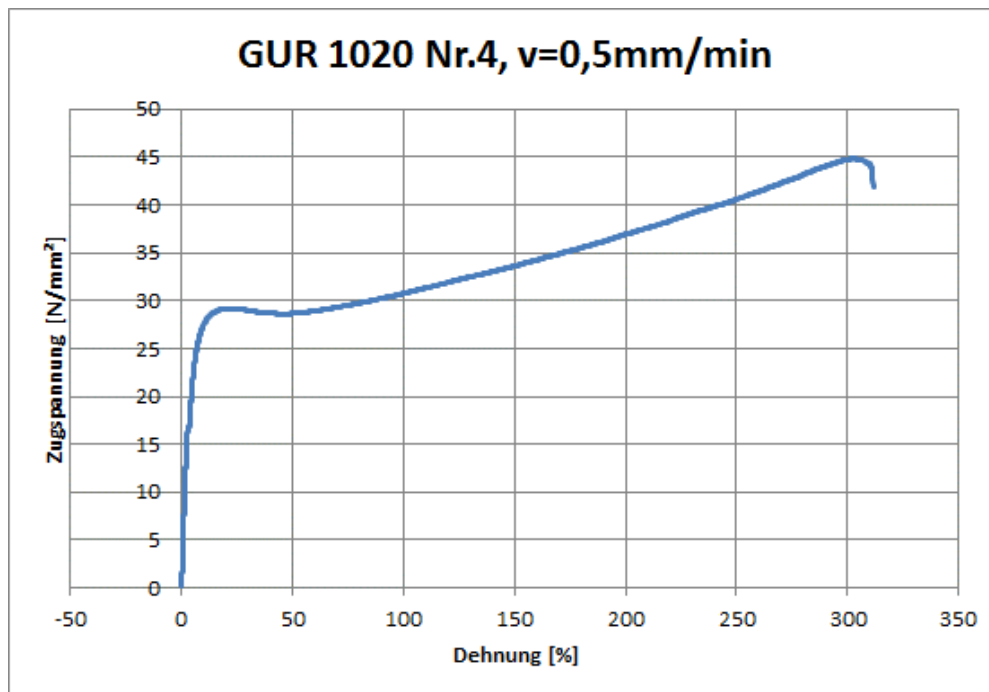


Diagramm 45: Zugversuch, GUR 1020 Nr.4, $v=0,5\text{mm/min}$

8.7.6 GUR 1020, Dehnrate: 10mm/min

Probengeometrie: Rechtecks Querschnitt mit den Seitenlängen 1,1mm x 2,0mm für Probe 5 und 1,1mm x 2,0mm für Probe 6

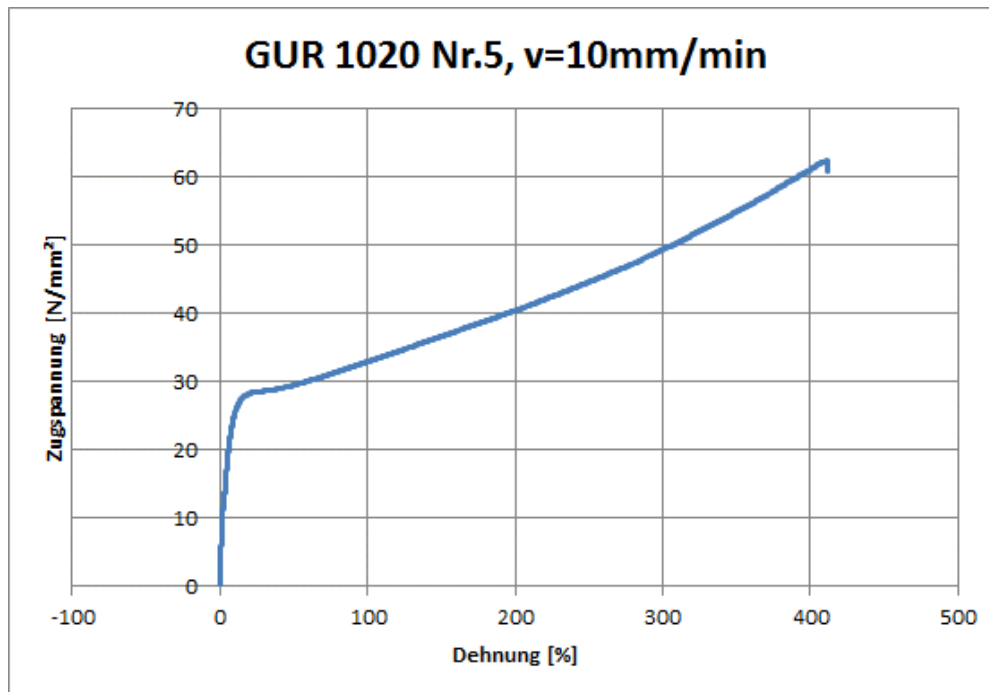


Diagramm 46: Zugversuch, GUR 1020 Nr.5, v=10mm/min

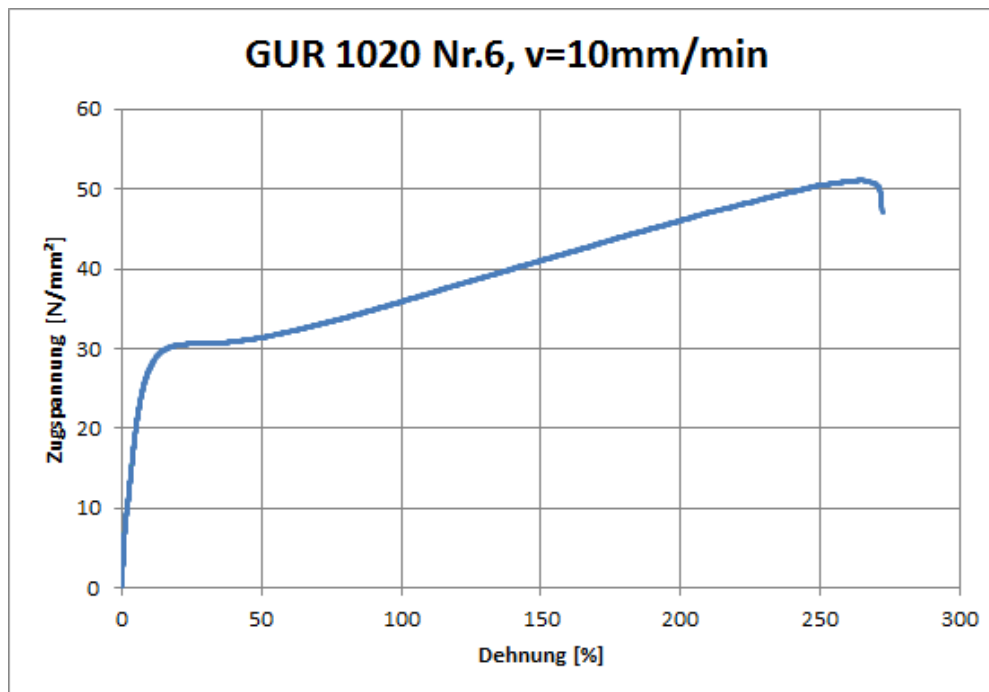


Diagramm 47: Zugversuch, GUR 1020 Nr.6, v=10mm/min