

# Bestimmung der elastischen Eigenschaften des Polypropylen-Ferroelektrets

Mate Gaal<sup>1</sup>, Viktor Bovtun<sup>2</sup>, Wolfgang Stark<sup>1</sup>, Marc Kreutzbruck<sup>1</sup>

<sup>1</sup> BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, 12205 Berlin, E-Mail: Mate.Gaal@bam.de

<sup>2</sup> Institute of Physics ASCR, Na Slovance 2, 18221 Prague, Czech Republic, E-Mail: bovtun@fzu.cz

## Polypropylen-Ferroelektret

Ferroelektrete sind zelluläre polarisierte Polymere, die ferroelektrische und dadurch auch piezoelektrische Eigenschaften aufweisen [1-2]. Unter anderem werden sie für den Bau von Mikrofonen und Ultraschallwandlern für Materialprüfung eingesetzt. Dabei erweist sich ihre besonders niedrige akustische Impedanz als Vorteil. Ursache dafür ist vor allem ihr außergewöhnlich niedriger Elastizitätsmodul in Dickenrichtung.

In diesem Beitrag werden zwei Methoden für die Ermittlung des Elastizitätsmoduls des geladenen zellulären Polypropylens (zPP) dargestellt. Die erste ist eine neuartige modellgestützte Methode mittels Laservibrometrie an dem eigenentwickelten Polypropylen-Wandler, wobei die Resonanzschwingung des Wandlers bei 250 kHz gemessen wird [3-4]. Die zweite Methode ist dynamisch-mechanische Analyse (DMA) durchgeführt mit Frequenzen von 0,3 bis 50 Hz, erstmalig für das zPP angewendet.

## Eigenschwingung des PP-Wandlers

Die Auslenkung der Oberfläche eines PP-Wandlers  $\Delta h(t)$  wurde mit dem Laser-Doppler-Vibrometer (LDV) gemessen. Die Anregung war ein Impuls mit variierender Spannung (von -2 bis +2 kV) und mit der Länge  $2 \mu\text{s}$ , die an die Resonanzfrequenz des Wandlers (250 kHz) angepasst wurde. Die Dickenänderung lässt sich mit dem Modell des gedämpften harmonischen Oszillators gut erklären (Abb. 1). Mithilfe dieses Modells wird die Gleichgewichtsauslenkung  $\Delta h_0$  ermittelt, deren Abhängigkeit von der Anregungsspannung uns ermöglicht, die Werte für mechanische Spannung, Dehnung und dadurch elektromechanische Parameter wie die piezoelektrische Konstante  $d_{33}$  und den Elastizitätsmodul  $C_{33}$  zu bestimmen.

Bei einem konstanten Elastizitätsmodul besteht die Dehnung des zPP-Wandlers aus einer piezoelektrischen und einer elektrostriktiven Komponente [2-7],

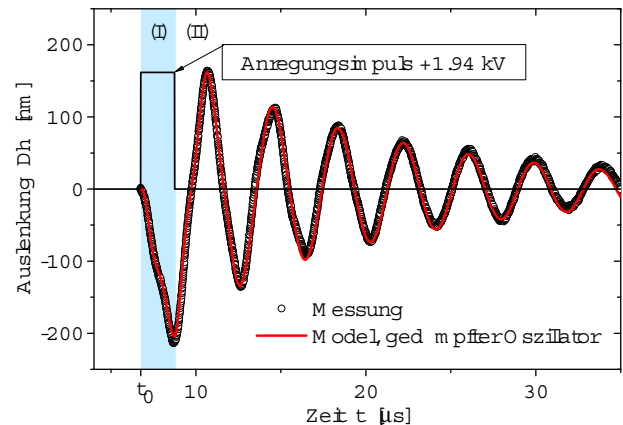
$$-s_{33} = d_{33}E + \alpha_{33}E^2, \quad (1)$$

wobei  $E$  das elektrische Feld und  $\alpha_{33}$  die elektrostriktive Konstante bezeichnet, die einen Bezug zum Speichermodul  $C_{33}'$  hat:

$$\alpha_{33} = -\frac{\epsilon_{33}\epsilon_0}{2C_{33}'}. \quad [C^2/N^2] \quad (2)$$

Das Produkt  $\epsilon_{33}\epsilon_0$  ist die Dielektrizitätskonstante des zPP. Die Regressionsanalyse mit den Daten aus dem LDV-Versuch ergibt  $d_{33} = 87 \pm 1 \text{ pC/N}$  für die piezoelektrische

Konstante und  $C_{33}' = 0,77 \pm 0,01 \text{ MPa}$  für den Speichermodul.



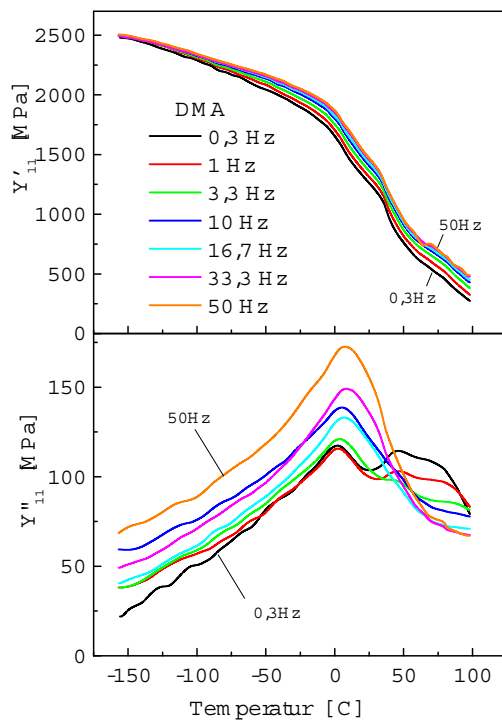
**Abbildung 1:** Dickenoschwingung des zPP-Wandlers bei einer Anregung mit Rechteckimpuls. Die Regressionskurve entspricht dem Modell des gedämpften harmonischen Oszillators.

## DMA, Zugversuch in laterale Richtung

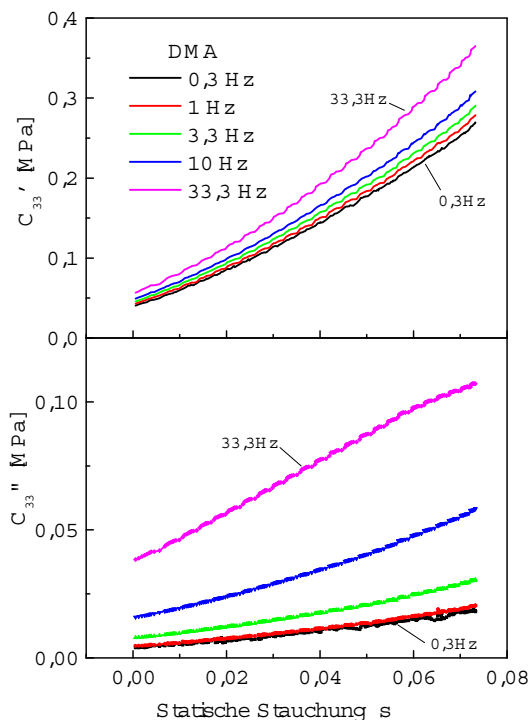
Es wurde ein Zugversuch mit der Kraft in lateraler Richtung an einer zPP-Folie durchgeführt. Die Ergebnisse der DMA zeigen für Matrix-Polymere typische Temperatur- und Frequenzabhängigkeit des Speicher- und Verlustmoduls (Abb. 2). Mit der wachsenden Frequenz verschiebt sich der Übergangsbereich in die Richtung höherer Temperaturen. Bei Zimmertemperatur und gemessenen Frequenzen von 0,3 bis 50 Hz beträgt der Speichermodul  $Y_{11}'$  zwischen 1,3 und 1,6 GPa, ähnlich wie bei dem Matrix-Polypropylen.

## DMA, Druckversuch in Dickenrichtung

Es wurde ein Druckversuch mit der Kraft senkrecht zur Oberfläche des zPP-Films durchgeführt. Die DMA hat ergeben, dass die beiden Komponenten des Elastizitätsmoduls mit steigender Frequenz und mit steigender statischer Beanspruchung wachsen (Abb. 3). Bei einer statischen Beanspruchung annähernd gleich 0 beträgt der Speichermodul  $C_{33}'$  zwischen 0,041 und 0,057 MPa für Frequenzen von jeweils 0,3 bis 33 Hz. Bei einer statischen Stauchung von 0,07 (entsprechend einem statischen Druck von ca. 4 kPa) wächst der Speichermodul um den Faktor 4.



**Abbildung 2:** Elastizitätsmodul bei einer lateralen Zugbelastung des zPP-Films. Temperatur- und Frequenzabhängigkeit des Speicher- und Verlustmoduls.



**Abbildung 3:** Elastizitätsmodul bei einer Druckbelastung senkrecht zur Ebene des zPP-Films. Frequenzabhängigkeit und Abhängigkeit von der statischen Belastung des Speicher- und Verlustmoduls.

## Diskussion und Schlussfolgerungen

Die drei dargestellten Messungen zeigen unterschiedliche Aspekte der elastischen Eigenschaften des zPP. Die zPP-Folie hat eine stark anisotrope Zellenstruktur, die für den großen Unterschied zwischen den Elastizitätskonstanten in Dickenrichtung  $C_{33}'$  und in der lateralen Richtung  $Y_{11}'$  verantwortlich ist. Zwischen dem Versuch mit LDV und dem Druckversuch mit DMA gibt es zwei wichtige Unterschiede: (i) DMA-Druckversuch wurde mit einer variierenden statischen Belastung und LDV Versuch ohne statische Belastung durchgeführt; (ii) die Frequenz der dynamischen Belastung betrug bei der DMA zwischen 0,3 und 50 Hz und bei der LDV-Messung 250 kHz. Sowohl die statische Belastung als auch die Frequenz erhöhen die beiden Komponenten des Elastizitätsmoduls (Abb. 3). Der Speichermodul wächst von 0,05 MPa bei 0,3 Hz (DMA) bis 0,8 MPa bei 250 kHz (LDV). Das Maxwell'sche Modell für viskoelastische Materialien liefert eine qualitative Erklärung für die gemessene Frequenzabhängigkeit. Die Ergebnisse des Zugversuchs (Abb. 2) und eine Extrapolation zu höheren Frequenzen ergeben, dass sich der Wandler auch während der LDV-Messung bei 250 kHz noch in dem Glas-Gummi-Übergang, aber näher am Glas-Zustand befindet. Der hohe Verlustmodul bei dieser Frequenz verursacht eine hohe Bandbreite bei der Resonanzschwingung, was einen großen Vorteil für die Anwendungen in der zerstörungsfreien Prüfung bedeutet. Der Elastizitätsmodul weist eine Frequenz- und Temperaturabhängigkeit auch im hörbaren Bereich auf, was bei dem Bau von Mikrofonen berücksichtigt werden muss.

## Literatur

- [1] M. Paajanen, J. Lekkala und K. Kirjavainen: Electro-Mechanical Film (EMFi) – a new multipurpose electret material. *Sensors and Actuators* 84 (2000), 95-102
- [2] G. M. Sessler und J. Hillenbrand: Electromechanical response of cellular electret films. *Appl. Phys. Lett.* 75 (21) (1999), 3405-3407
- [3] J. Döring, V. Bovtun, M. Gaal, J. Bartusch, A. Erhard, M. Kreutzbruck, Y. Yakymenko: Piezoelectric and electrostrictive effects in ferroelectret ultrasonic transducers. *J. Appl. Phys.* 112, 084505 (2012)
- [4] M. Gaal, J. Bartusch, M. Daschewski, E. Dohse, E. Köppe, M. Weise, W. Hillger, M. Kreutzbruck: Schwingverhalten des Ferroelectret-Senders für Luftultraschall. Jahrestagung der DGZfP, 6.-8. Mai 2013, Dresden (2013)
- [5] J. Hillenbrand und G. M. Sessler: DC-biased ferroelectrets with large piezoelectric  $d_{33}$ -coefficients. *J. Appl. Phys.* 103, 074103 (2008)
- [6] R. Kressmann: Linear and nonlinear piezoelectric response of charged cellular polypropylene. *J. Appl. Phys.* 90 (7) (2001), 3489-3496
- [7] J. Döring, V. Bovtun, J. Bartusch, A. Erhard, M. Kreutzbruck, Y. Yakymenko: Nonlinear electromechanical response of the ferroelectret ultrasonic transducers. *Appl. Phys. A* 100(2), (2010), 479-485