



Leseprobe

Achim Frick, Claudia Stern

Einführung in die Kunststoffprüfung

Prüfmethoden und Anwendungen

ISBN (Buch): 978-3-446-44351-8

ISBN (E-Book): 978-3-446-44988-6

Weitere Informationen oder Bestellungen unter

<http://www.hanser-fachbuch.de/978-3-446-44351-8>

sowie im Buchhandel.

Achim Frick
Claudia Stern

Einführung Kunststoffprüfung

Prüfmethoden und Anwendungen

HANSER

Die Autoren:

Prof. Dr.-Ing. Achim Frick, Hochschule Aalen, Kunststofftechnik, 73430 Aalen
Dr. Claudia Stern

Bibliografische Information Der Deutschen Bibliothek:

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <<http://dnb.d-nb.de>> abrufbar.

ISBN: 978-3-446-44351-8

E-Book-ISBN: 978-3-446-44988-6

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutzgesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Alle in diesem Buch enthaltenen Verfahren bzw. Daten wurden nach bestem Wissen erstellt und mit Sorgfalt getestet. Dennoch sind Fehler nicht ganz auszuschließen. Aus diesem Grund sind die in diesem Buch enthaltenen Verfahren und Daten mit keiner Verpflichtung oder Garantie irgendeiner Art verbunden. Autor und Verlag übernehmen infolgedessen keine Verantwortung und werden keine daraus folgende oder sonstige Haftung übernehmen, die auf irgendeine Art aus der Benutzung dieser Verfahren oder Daten oder Teilen davon entsteht.

Dieses Werk ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte, auch die der Übersetzung, des Nachdruckes und der Vervielfältigung des Buches oder Teilen daraus, vorbehalten. Kein Teil des Werkes darf ohne schriftliche Einwilligung des Verlages in irgendeiner Form (Fotokopie, Mikrofilm oder einem anderen Verfahren), auch nicht für Zwecke der Unterrichtsgestaltung – mit Ausnahme der in den §§ 53, 54 URG genannten Sonderfälle – reproduziert oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden.

© Carl Hanser Verlag, München 2017

Coverconcept: Marc Müller-Bremer, www.rebranding.de, München

Coverrealisierung: Stephan Rönigk

Satz: Kösel Media GmbH, Krugzell

Druck und Bindung: Hubert & Co GmbH, Göttingen

Printed in Germany

Autoren

■ Prof. Dr.-Ing. Achim Frick



Prof. Dr.-Ing. Achim Frick, Jahrgang 1955, hat Maschinenbau an der Universität Stuttgart studiert und am Institut für Kunststoffprüfung über Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe promoviert. Nach mehrjähriger Industrietätigkeit im Entwicklungsbereich wurde er 1997 an die Hochschule Aalen in die Kunststofftechnik berufen. Seine Lehrgebiete sind polymere Werkstoffe, Bauteilentwicklung und Kunststoffprüfung. Er ist Leiter des Institutes Polymer Science and Processing (iPSP) an der Hochschule Aalen und forscht und publiziert zu werkstoff- und produktionstechnologischen Fragen. Als Leiter des Steinbeis Transferzentrums Polymer Engineering (PETZ) in Aalen ist er im Technologietransfer zur Industrie und in der Weiterbildung aktiv. Achim Frick ist Autor von Büchern zur Kunststoffprüfung.

■ Dr. Claudia Stern



Dr. Claudia Stern, Jahrgang 1975, studierte Chemie an der Hochschule Aalen. Nach ersten Stationen in der Industrie promovierte sie zum Thema Struktureigenschafts-Beziehungen von hochmolekularen Polypropylenen in Kooperation mit der niederländischen Universität Twente in Enschede. Von 2006 bis 2016 arbeitete sie bei der ElringKlinger Kunststofftechnik GmbH in Bietigheim und führte erfolgreich einen neuartigen, thermoplastischen Fluorpolymerwerkstoff in innovative Märkte ein. Dort verantwortete sie die Entwicklung, Fertigung und Vertrieb im Geschäftsbereich Thermoplastische Hochleistungskunststoffe. Seit Mitte 2016 ist sie nun Geschäftsführerin des global agierenden Spritzgießunternehmens Schlemmer Münchingen GmbH + Co. KG.

Vorwort

Die Kunststofftechnik ist ein hoch innovatives, eigenständiges Ingenieurfachgebiet mit stetigem Wachstum. Sie umfasst die Entwicklung, Herstellung und Qualifizierung von geometrisch und funktional komplexen Leichtbauteilen und -strukturen aus polymeren Werkstoffen und hybriden Materialverbunden. Für die Qualifizierung von polymeren Werkstoffen und Produkten bedarf es der Kunststoffprüfung. Im Rahmen des Kunststoffengineering ist die Kunststoffprüfung eine eigene, fachliche Disziplin innerhalb der Kunststofftechnik.

Die Einführung in die praktische Kunststoffprüfung soll Studierende, aber auch Praktiker aus der Entwicklung, Fertigung und Qualitätssicherung von kunststofftechnischen Produkten mit den für Kunststoffe praxisrelevanten Prüfverfahren vertraut machen. Es werden wichtige Prüfverfahren in einem gesamtkunststofftechnischen Kontext beschrieben. Die Leser sollen mit Hilfe der Informationen in die Lage versetzt werden, qualitätstechnische Fragestellung der Kunststofftechnik zu erfassen, zu quantifizieren, zu bewerten und erfolgreich zu lösen. Qualitätsengineering in der Kunststofftechnik erfordert eine ganzheitliche Betrachtung und die Anwendung geeigneter Prüfverfahren.

Wir hoffen, dass das Buch einen nützlichen Wissensbeitrag liefert und das Interesse der Leser findet.

Aalen im November 2016

Achim Frick

Claudia Stern

Inhaltsverzeichnis

Autoren	V
Vorwort	VII
1 Eigenschaften und Qualität von Kunststoffen und Formteilen	1
1.1 Aufbau und Verhalten von Kunststoffen	4
1.2 Struktur und Eigenschaften von Kunststoffen	6
1.3 Temperaturabhängigkeit der elastischen Eigenschaften der Kunststoffe	7
1.4 Zeitabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften der Kunststoffe	10
1.5 Einfluss von Zeit und Temperatur auf die Festigkeitseigenschaften der Kunststoffe	13
1.6 Verformungsverhalten der Kunststoffe unter mechanischer Zugbeanspruchung	14
1.6.1 Spröder, amorpher Kunststoff	14
1.6.2 Verformungsfähiger, amorpher Kunststoff	14
1.6.3 Verformungsfähiger, teilkristalliner Kunststoff	15
1.7 Ermüdungsverhalten der Kunststoffe unter dynamischer Beanspruchung	17
1.8 Qualitätseinflüsse bei Kunststoffen und Formteilen	20
1.8.1 Formmasse	20
1.8.2 Verarbeitung	24
1.8.3 Vorbehandlung	27
1.8.4 Fertigungsprozess	28
Literatur zu Kapitel 1	30
2 Kunststoffprüfung	31
2.1 Zweck der Kunststoffprüfung	31
2.2 Probenherstellung und Durchführung von Prüfungen	35
2.2.1 Probenentnahme	36

2.2.2	Arten von Proben	37
2.2.3	Durchführung von Prüfungen	39
2.3	Ergebnisdarstellung/Prüfbericht	39
	Normen	39
	Normen zu Abschnitt 2.1 und 2.2	40
	Normen zu Abschnitt 2.3	41
	Literatur zu Kapitel 2	42
3	Kunststoffidentifikation	43
3.1	Dichte	44
3.1.1	Schwebeverfahren	45
3.1.2	Dichtemessung nach dem Auftriebverfahren	46
3.1.3	Dichtegradientenverfahren	47
3.1.4	Pyknometerverfahren	48
3.2	Infrarot-Spektroskopie	49
	Normen zu Abschnitt 3.1	55
	Normen zu Abschnitt 3.2	55
	Literatur zu Kapitel 3	55
4	Rheologische Prüfung	57
4.1	Rheometrie	64
4.1.1	Rotationsverfahren	66
4.1.1.1	Kegel-Platte-Messanordnung	67
4.1.1.2	Platte-Platte-Messanordnung	68
4.1.2	Oszillationsverfahren	69
4.2	Viskosimetrie	73
4.2.1	Schmelzefließrate-Bestimmung	74
4.2.1.1	Schmelze-Massefließrate (MFR)	75
4.2.1.2	Schmelze-Volumenfließrate (MVR)	76
4.2.2	Hochdruckkapillarviskosimetrie	77
4.2.3	Lösungviskosimetrie	80
	Normen zu Abschnitt 4.1	85
	Normen zu Abschnitt 4.2.1	85
	Normen zu Abschnitt 4.2.2	85
	Normen zu Abschnitt 4.2.3	85
	Literatur zu Kapitel 4	86

5 Mechanische Prüfungen	87
5.1 Quasistatische Beanspruchung	89
5.1.1 Zugversuch	90
5.1.2 Druckversuch	100
5.1.3 Biegeversuch	104
5.1.4 Härteprüfung	109
5.2 Schlagartige Beanspruchung	118
5.2.1 Schlagzugversuch	120
5.2.2 Schlagbiegeversuch	121
5.2.2.1 Charpy-Verfahren	122
5.2.2.2 Izod-Verfahren	124
5.2.3 Fall- und Stoßversuch	124
5.3 Statische Langzeitbeanspruchung	127
5.3.1 Kriechversuch	128
5.3.2 Relaxationsversuch	134
5.4 Dynamische Langzeitbeanspruchung	136
5.4.1 Schwingversuch	141
5.4.1.1 Zug-Druck-Ermüdungsprüfung	141
5.4.1.2 Biege-Ermüdungsprüfung	141
Normen zu Abschnitt 5.1.1	141
Normen zu Abschnitt 5.1.2	142
Normen zu Abschnitt 5.1.3	142
Normen zu Abschnitt 5.1.4	143
Normen zu Abschnitt 5.2.1	144
Normen zu Abschnitt 5.2.2	144
Normen zu Abschnitt 5.2.3	144
Normen zu Abschnitt 5.3.1	144
Normen zu Abschnitt 5.3.2	145
Normen zu Abschnitt 5.4	145
Literatur zu Kapitel 5	145
6 Tribologische Prüfungen	147
6.1 Gleitverhalten	149
6.2 Reibungskoeffizient	150
6.3 Verschleiß	152
Norm	152
Literatur zu Kapitel 6	152

7	Thermische Prüfungen	153
7.1	Prüfungen unter Temperaturbeanspruchung	155
7.1.1	Zeitraffer-Prüfung	157
7.2	Prüfung der thermischen Alterung	159
7.3	Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)	160
7.4	Dynamisch-mechanische Analyse (DMA)	169
7.5	Thermogravimetrische Analyse (TGA)	177
7.6	Thermomechanische Analyse (TMA) – Dilatometrie	180
7.7	Bestimmung des Glührückstandes	184
7.8	Formbeständigkeit in der Wärme	186
7.8.1	Vicat-Erweichungstemperatur	188
7.8.2	Wärmeformbeständigkeitstemperatur	191
	Normen zu Abschnitt 7.2	192
	Normen zu Abschnitt 7.3	192
	Normen zu Abschnitt 7.4	193
	Normen zu Abschnitt 7.5	193
	Normen zu Abschnitt 7.6	193
	Normen zu Abschnitt 7.7	193
	Normen zu Abschnitt 7.8	194
	Literatur zu Kapitel 7	194
8	Chemische Prüfungen	195
8.1	Medienbeständigkeit	195
8.2	Spannungsrißbeständigkeit	197
8.2.1	Prüfung der Spannungsrißbeständigkeit im Zeitstandzugversuch	198
8.2.2	Prüfung der Spannungsrißbeständigkeit im Biegestreifenverfahren	200
8.2.3	Prüfung der Spannungsrißbeständigkeit im Kugel- oder Stifteindringverfahren	203
	Normen zu Abschnitt 8.1	203
	Normen zu Abschnitt 8.2	203
	Literatur zu Abschnitt 8	204
9	Physikalische Prüfungen	205
9.1	Massebestimmung	205

9.2 Bestimmung der Wasseraufnahme	206
Normen zu Abschnitt 9.2	209
Literatur zu Kapitel 9	210
10 Geometrische Prüfung	211
10.1 Maße und Toleranzen	211
10.1.1 Taktils Messen	213
10.1.2 Berührungsloses Messen	214
10.1.2.1 Streifenprojektionsverfahren	215
10.1.2.2 Röntgen-Computertomografie (CT)	215
10.2 Verarbeitungsschwindung, Nachschwindung	219
10.3 Schrumpfung	222
10.4 Verzug	223
Normen Abschnitt 10.1	225
Normen zu Abschnitt 10.1.1	225
Normen zu Abschnitt 10.2	225
Normen zu Abschnitt 10.3	226
Literatur zu Kapitel 10	226
11 Optische Prüfungen	227
11.1 Sichtprüfung	228
11.2 Lichtmikroskopie	229
11.2.1 Probenpräparation	231
11.2.1.1 Anschliff/Dünnschliff	233
11.2.1.2 Dünnschnitt	235
11.3 Digitalmikroskopie	237
11.4 Rasterelektronenmikroskopie	238
11.5 Polarisationsoptik	243
Normen zu Abschnitt 11.5	245
Literatur zu Kapitel 11	246
12 Weiterführende Literatur	247
Normen zur Kunststoffprüfung	251
Index	253

Erfolgt eine kurzzeitige Belastung mit hoher Frequenz oder Belastung bei tiefer Temperatur, verhält sich der Kunststoff steif. Die Gesamtsteifigkeit E entspricht der Summe der Einzelsteifigkeiten $E_1 + E_2$, da sich der Dämpfer mit der Viskosität η praktisch starr verhält.

Erfolgt die Belastung langfristig mit geringer Frequenz oder bei hoher Temperatur, verhält sich der Kunststoff entsprechend weich. Die Gesamtsteifigkeit E beträgt nur E_1 , da der Dämpfer nachgibt.

Die Steifigkeit E eines Polymers ist zeitabhängig ($E = E(t)$) und fällt mit der Zeit ab. Das führt bei Kunststoffen zu Spannungsrelaxations- und Kriechvorgängen in der Anwendung (Bild 1.10).

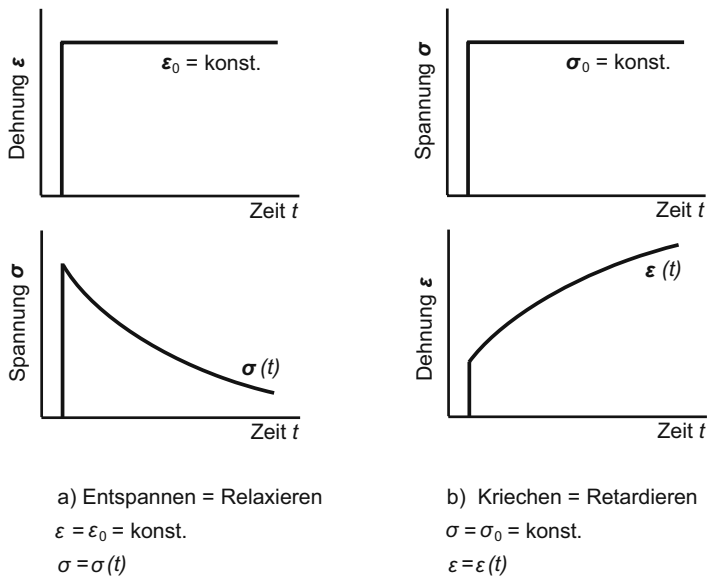


Bild 1.10 a) Entspannen und b) Kriechen von Kunststoffen

Steht ein Kunststoff unter konstanter Dehnung ϵ_0 , dann fällt die Spannung $\sigma(t)$ mit der Zeit ab, weil $E(t)$ sinkt. Das wird als Spannungsrelaxation bezeichnet.

$$\sigma(t) = \epsilon_0 \cdot E(t) \quad (1.2)$$

Die Spannungsrelaxation muss, z.B. bei Kunststoff-Pressverbindungen, berücksichtigt werden.

Steht ein Kunststoff unter konstanter Belastung σ_0 , dann wächst die Dehnung $\epsilon(t)$ über die Zeit an, weil $E(t)$ sinkt. Das wird als Retardation oder Kriechen bezeichnet.

$$\epsilon(t) = \frac{\sigma_0}{E(t)} \quad (1.3)$$

Bei statisch belasteten Formteilen kann das Kriechen über die Zeit zu einer unzulässigen Verformung führen.

Der zeitabhängige Elastizitätsmodul bei konstanter Spannung wird als Kriechmodul E_C bezeichnet (Gleichung 1.4).

$$E_C(t) = \frac{\sigma_0}{\varepsilon(t)} \quad (1.4)$$

■ 1.5 Einfluss von Zeit und Temperatur auf die Festigkeitseigenschaften der Kunststoffe

Kunststoffe verhalten sich ausgeprägt zeit- und temperaturabhängig. Das hat Auswirkungen auf die Festigkeitseigenschaften und muss entsprechend berücksichtigt werden (Bild 1.11).

Kunststoffe verlieren bei konstanter Verformungsgeschwindigkeit mit zunehmender Temperatur an Steifigkeit und Festigkeit, gleichzeitig nimmt ihre Verformungsfähigkeit deutlich zu. Bleibt dagegen die Temperatur konstant, dann lässt sich mit abnehmender Verformungsgeschwindigkeit ein ähnliches Verhalten feststellen. Die Kunststoffe werden in beiden Fällen nachgiebiger. Damit gilt für die mechanischen Eigenschaften der Kunststoffe eine Äquivalenz von Temperatur und Verformungsgeschwindigkeit beziehungsweise Belastungszeit. Tiefe Temperaturen oder hohe Verformungsgeschwindigkeiten führen zu einem steifen und spröden Werkstoffverhalten der Polymere. Umgekehrt erweisen sich Polymere bei hohen Temperaturen oder langsamer Verformung nachgiebig und verformungsfähig duktil.

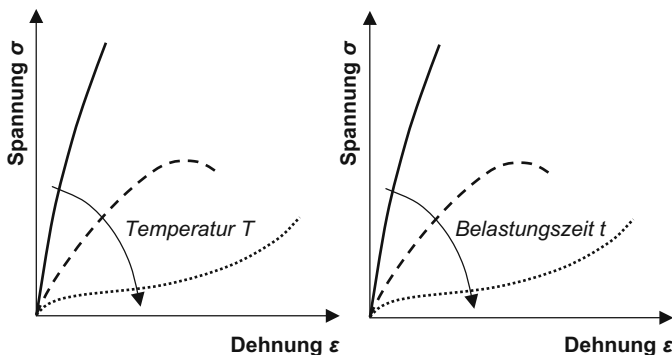


Bild 1.11 Einfluss von Temperatur und Belastungszeit $t = \frac{\varepsilon}{\dot{\varepsilon}}$ auf die Festigkeitseigenschaften von Kunststoffen

2

Kunststoffprüfung

Mit dem Begriff Kunststoff werden polymere Werkstoffe bezeichnet, nämlich Thermoplaste, thermoplastische Elastomere, vernetzte Elastomere und Duroplaste. Kunststoffe sind eine eigene Werkstoffklasse, ihr Deformationsverhalten ist viskoelastisch und sie besitzen ausgeprägte zeit- und temperaturabhängige Eigenschaften. Die Prüfung von Kunststoffen ist ein eigenständiges Fach- und auch Forschungsgebiet (Bild 2.1). Die Kunststoffprüfung umfasst alle Tätigkeiten im Zusammenhang mit der Untersuchung von Kunststoffen und daraus hergestellten Produkten.



Bild 2.1 Stellung der Kunststoffprüfung innerhalb der Kunststofftechnik

■ 2.1 Zweck der Kunststoffprüfung

Die Kunststoffprüfung dient der Untersuchung, Charakterisierung und Qualifizierung von Kunststoffen und daraus hergestellter Formteilen. Sie umfasst werkstofftechnische, qualitätssichernde und schadensanalytische Untersuchungen, auch Untersuchungen zum Recycling von Kunststoffen.

Moderne Produkte sollen aus technischen, wirtschaftlichen und ökologischen Überlegungen leicht sein (minimierter Energie- und Ressourcenverbrauch), dabei sind sie oft geometrisch komplex gestaltet und stark beansprucht. Deshalb finden Kunststoffe zunehmend Einsatz als Konstruktionswerkstoffe und der Ausnutzungsgrad des polymeren Werkstoffs im fertigen Produkt ist folglich hoch. Ein Formteil weist heute vielfach nur noch geringe Sicherheitsreserven auf. Wenn Pro-

dukte früher dauerhaft ausgelegt waren, dann sind sie heute überwiegend nur noch zeitfest dimensioniert. Aus den dargelegten Gründen wird es zunehmend wichtig, die Gebrauchseigenschaften von Kunststoffen exakt zu charakterisieren, festgelegte Werkstoffe für eine Anwendung auf ihre Identität zu prüfen und zu verifizieren. Mögliche Schwankungen der Werkstoffqualität, Materialverwechslungen, Änderungen bei Funktionsadditiven oder beim Farbpigment von Kunststoffen, ebenso mögliche Eigenschaftsverluste der Kunststoffe durch die Verarbeitung zum Formteil können zu einer mangelhaften Produktqualität beitragen und sind schließlich potentielle Ursachen für Schadensfälle im Einsatz. Diese Probleme müssen idealerweise frühzeitig erkannt und vermieden werden. Dazu bedarf es der Kunststoffprüfung mit geeigneten, aussagefähigen Prüf- und Qualitätssicherungsverfahren für Kunststoffe und daraus hergestellter Formteile. Die Verfahren sollten wünschenswerterweise einfach, schnell und automatisierbar sein. Tabelle 2.1 zeigt die Einsatzmöglichkeiten der Kunststoffprüfung in verschiedenen Aufgabenfeldern. Die Aufgabenfelder stehen im Zusammenhang mit dem Produktlebenszyklus und den daraus resultierenden, prüftechnischen Fragestellungen.

Tabelle 2.1 Verschiedene Zwecke der Kunststoffprüfung

Aufgabenfeld	Zweck der Kunststoffprüfung
Werkstoffforschung Werkstoffentwicklung	→ Werkstoffcharakterisierung
Produktentwicklung	→ Prüfung von Kunststoffen → Prüfung von Kunststoff-Formteilen (Produktqualifizierung)
Qualitätssicherung	→ Wareneingangskontrolle → Fertigungsüberwachung
Schadensuntersuchung	→ Schadensanalytik
Produktrecycling	→ Untersuchung der Recyclingfähigkeit

In der Kunststoffprüfung gibt es verschiedene Fragestellungen und daraus leiten sich Untersuchungsaufgaben ab (Tabelle 2.2). Die sind in der kunststofftechnischen Praxis wünschenswerterweise möglichst effektiv und erfolgreich zu lösen. Deswegen sollten prüftechnische Untersuchungen gut überlegt und nur so umfangreich als nötig erfolgen! Bestehen beispielsweise bei aktuell angelieferten Kunststoffteilen bereits visuell erkennbar Glanzgradabweichungen gegenüber vorangegangenen gelieferten und freigegebenen Teilen gleichen Typs, dann lässt sich die jüngste Lieferung ohne weitere Prüfungen zurückweisen. Der Lieferant kann eigenverantwortlich die Ursache für die vorliegende Abweichung feststellen; er ist gehalten, die Qualität seiner Lieferteile auf das freigegebene Qualitätsniveau zurückzuführen. Erst dann, wenn ein prüftechnisch, analytischer Nachweis für die Abweichung erforderlich wird, sind weitere Untersuchungen durchzuführen. Thermoanalytische, kalorische Messungen mittels DSC (englisch: „Differential Scan-

unterschiedlichen Verfahren ist deshalb die Kenntnis der Viskosität in Abhängigkeit von Schergeschwindigkeit und Schmelztemperatur erforderlich.

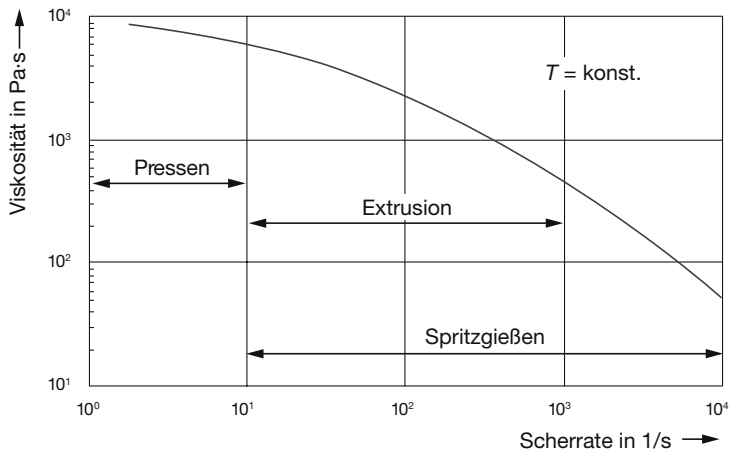


Bild 4.1 Einfluss der verfahrensbedingten Scherrate auf die Schmelzeviskosität eines Kunststoffes bei konstanter Temperatur (schematisch)

Das Fließverhalten eines Stoffes wird allgemein durch seine Viskosität beschrieben. Die Viskosität ist ein Maß für den inneren Widerstand des Stoffes gegen eine Kraft, die während des Fließens ständig wirkt. Sie ist temperatur- und druckabhängig. Je zäher ein Stoff ist, desto größer ist seine Viskosität.

Kunststoffe verhalten sich grundsätzlich viskoelastisch und vereinigen die Eigenschaften eines elastischen Festkörpers und einer viskosen Flüssigkeit. Bei kurzzeitiger Belastung zeigen sie elastisches Verhalten und bei langzeitiger Belastung fließen sie.

Kunststoffschmelzen werden während Fließprozessen in Kunststoffverarbeitungs-
maschinen und in formgebenden Werkzeugen hauptsächlich geschert. Es wird davon ausgegangen, dass die Schmelze an den Wänden der Fließkanäle haftet (Wandhaftung). Damit veranschaulicht ein Zwei-Platten-Modell eine Scherströmung in einfacher Weise (Bild 4.2). Die obere Platte wird gegenüber der unteren, feststehenden mit der Geschwindigkeit v_p verschoben, dabei gleiten die dazwischen liegenden Flüssigkeitsschichten aufeinander ab, die Schmelze wird geschert.

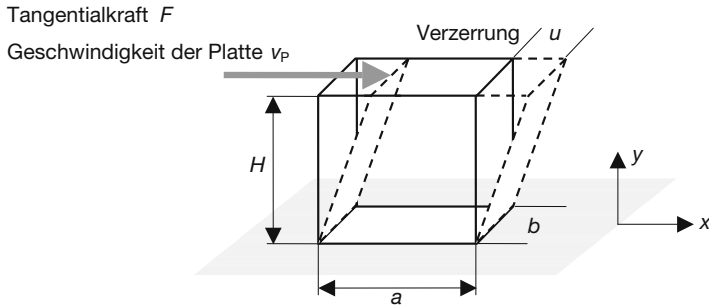


Bild 4.2 Zwei-Platten-Modell zur Darstellung einer Scherströmung

Die Scherung γ des Volumenelements durch seine Verzerrung u errechnet sich nach Gleichung 4.1.

$$\gamma = \frac{u}{H} \quad (4.1)$$

Infolge der Scherung bildet sich eine Scherströmung mit der Schergeschwindigkeit $d\gamma/dt$, die auch als Scherrate bezeichnet wird (Gleichung 4.2):

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{dv}{dy} = \frac{v_p}{H} \quad (4.2)$$

Die Schubspannung τ errechnet sich aus der Tangentialkraft F , die auf die Fläche $A = a \cdot b$ wirkt (Gleichung 4.3).

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (4.3)$$

Im Falle eines linear viskoelastischen Stoffes sind Schubspannung τ und Scherung γ proportional. Der Proportionalitätsfaktor G entspricht dem Schubmodul (Gleichung 4.4).

$$\tau = G \cdot \gamma \quad (4.4)$$

Für diesen einfachsten Fall der Scherströmung sind die Schubspannung und die Schergeschwindigkeit konstant, die Fließgeschwindigkeit $v(H)$ steigt linear von Null mit der Höhe H bis auf v_p .

Unter der Voraussetzung ist bei einer stationären Scherströmung die Schubspannung τ zwischen den Fließschichten proportional der Schergeschwindigkeit $d\gamma/dt$. Es gilt (Gleichung 4.5):

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (4.5)$$

Tabelle 4.3 Hagenbach-Zeitkorrekturwerte für Ubbelohde-Viskosimeter (ISO 3105, DIN 51 562) (Fortsetzung)

Durchflusszeit in s	Korrektursekunden ¹				
	Nummer der Kapillare/Durchmesser in mm				
	0a 0,53	I 0,63	Ic 0,84	Ia 0,95	II 1,13
100	(3,06)*	0,99	0,17	0,07	–
110	(2,53)*	0,82	0,14	0,06	–
120	2,13	0,69	0,12	0,05	–
130	1,81	0,59	0,10	0,04	–
140	1,58	0,51	0,08	0,04	–
150	1,36	0,44	0,07	–	–
160	1,20	0,39	0,06	–	–
170	1,06	0,34	0,06	–	–
180	0,94	0,30	0,05	–	–
190	0,85	0,28	0,05	–	–
200	0,77	0,25	0,04	–	–
225	0,60	0,20	–	–	–
250	0,49	0,16	–	–	–
275	0,40	0,13	–	–	–
300	0,34	0,11	–	–	–
325	0,29	0,09	–	–	–
350	0,25	0,08	–	–	–
375	0,22	0,07	–	–	–
400	0,19	0,06	–	–	–
425	0,17	0,05	–	–	–
450	0,15	0,05	–	–	–
475	0,13	0,04	–	–	–
500	0,12	0,04	–	–	–
550	0,10	–	–	–	–
600	0,09	–	–	–	–

* Für Präzisionsmessungen sollten diese Durchflusszeiten nicht zur Anwendung kommen. Gegebenenfalls ist ein Viskosimeter mit einer engeren Kapillare zu verwenden.

¹ Die angegebenen Korrektursekunden beziehen sich auf die jeweiligen Soll-Konstanten. Die mit „–“ gekennzeichneten Felder geben die Vorzugs-Durchlaufzeiten für die jeweiligen Kapillaren an.

In der Praxis wird oft nach einem zulässigen Abfall der Viskositätszahl eines spitzgegossenen Produktes gegenüber der Viskositätszahl des Ausgangsgranulats gefragt. Eine um 5 % reduzierte Viskositätszahl wird meist als unkritisch betrachtet. Ein Abfall von mehr als 10 % erscheint für die Einhaltung einer bestimmten Produktqualität kritisch.

Eine für eine bestimmte Anwendung tatsächlich noch zulässige Reduzierung der Viskositätszahl muss jeweils spezifisch ermittelt und festgelegt werden. Dazu sind Proben aus dem jeweils zur Anwendung gelangenden Werkstoff für unterschiedliche Prozessbedingungen herzustellen, und deren Viskositätszahlen sowie ihre mechanischen Eigenschaften (Zugversuch, Schlagversuch) zu vergleichen. Der maximal zulässige Verlust an mechanischen Eigenschaften definiert dann den zulässigen Abfall der Viskositätszahl. Bei solchen Untersuchungen ist zu beachten, dass die Schlagzähigkeit einer Probe empfindlicher auf einen möglichen Polymerabbau reagiert, als die Festigkeitswerte aus dem Zugversuch.

Normen zu Abschnitt 4.1.1

- DIN 53018: Viskosimetrie – Messung der dynamischen Viskosität newtonscher Flüssigkeiten mit Rotationsviskosimetern – T1: Grundlagen
- DIN 53019: Viskosimetrie – Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern – T1: Grundlagen und Messgeometrie
- DIN EN ISO 3219: Kunststoffe – Polymere/Harze in flüssigem, emulgiertem oder dispergiertem Zustand – Bestimmung der Viskosität mit einem Rotationsviskosimeter bei definiertem Geschwindigkeitsgefälle

Normen zu Abschnitt 4.2.1

- DIN EN ISO 1133: Kunststoffe – Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR) und der Schmelze-Volumenfließrate (MVR) von Thermoplasten

Normen zu Abschnitt 4.2.2

- DIN 54811: Prüfung von Kunststoffen – Bestimmung des Fließverhaltens von Kunststoffschmelzen mit einem Kapillar-Rheometer

Normen zu Abschnitt 4.2.3

- DIN 54811: Prüfung von Kunststoffen – Bestimmung des Fließverhaltens von Kunststoffschmelzen mit einem Kapillar-Rheometer
- DIN EN ISO 1133: Kunststoffe – Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR) und der Schmelze-Volumenfließrate (MVR) von Thermoplasten
- DIN EN ISO 307: Kunststoffe – Polyamide – Bestimmung der Viskositätszahl
- DIN EN ISO 1628: Kunststoffe – Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter
 - T1: Allgemeine Grundlagen
 - T2: Vinylchlorid-Polymere
 - T3: Polyethylen und Polypropylen
 - T4: Polycarbonat (PC)-Formmassen

■ 5.4 Dynamische Langzeitbeanspruchung

Das Ermüdungsverhalten von Kunststoffen unter dynamisch schwingender Beanspruchung wird im sogenannten Zeitschwing- oder Dauerschwingversuch in Anlehnung an DIN 50100 ermittelt.

Da Kunststoffe viskoelastische Materialien sind, ist bei der Prüfung mit dynamischer Beanspruchung folgendes zu beachten:

- Durch die mechanische Dämpfung des Kunststoffs besteht im Versuch die Gefahr einer unzulässigen Eigenerwärmung der zu untersuchenden Probe mit dem Risiko eines thermisch induzierten Materialversagens. Die Prüffrequenz soll deshalb 10 Hz nicht überschreiten und muss bei großer Last weiter reduziert werden.
- Durch die begrenzte Prüffrequenz lassen sich sehr hohe Schwingspielzahlen (Lastwechsel) nur über sehr lange Versuchszeiten erreichen. Deshalb werden bei Kunststoffen im Allgemeinen nur Zeitschwingfestigkeiten bis 10^7 Lastwechsel bestimmt.
- Die Probenform hat im Dauerschwingversuch einen großen Einfluss auf das Prüfergebnis. Eine unterschiedliche spezifische Oberfläche (Verhältnis von Probekörpervolumen zu Oberfläche) beeinflusst die Wärmeabfuhr aus der Probe an die Umgebung und damit das Versagen.
- In einem spannungskontrollierten Schwingversuch, bei dem die Spannungsamplitude σ_a konstant gehalten wird, kriecht (retardiert) der Kunststoff über die Zeit (Bild 5.36).
- In einem dehnungskontrollierten Schwingversuch, bei dem die Verformungsamplitude ε_a konstant gehalten wird, entspannt sich der Kunststoff (relaxiert) über die Zeit (Bild 5.36).
- Sollen Proben auf Druck-Ermüdung untersucht werden, dann muss ein Ausknicken der Probe im Versuch verhindert werden. Das geschieht durch die Wahl eines geeigneten Schlankheitsgrades des Probekörpers, der Knicken sicher verhindert, oder die Verwendung einer zusätzlichen Knickstütze.

Im Dauerschwingversuch erwärmt sich die Probe infolge ihrer mechanischen Dämpfung und der dadurch erzeugten Verlustarbeit. Die Verlustleistung (Verlustarbeit je Zeiteinheit) errechnet sich wie folgt (Gleichungen 5.53 und 5.54).

a) spannungskontrollierter Dauerschwingversuch mit $\sigma_a = \text{konstant}$

$$\dot{W}_V = \sigma_a^2 \cdot f \cdot \pi \cdot \tan \delta / E' \quad (5.53)$$

b) dehnungskontrollierter Dauerschwingversuch mit $\varepsilon_a = \text{konstant}$

$$\dot{W}_V = \varepsilon_a^2 \cdot f \cdot \pi \cdot \tan \delta \cdot E' \quad (5.54)$$

Es bedeuten:

- σ_a Spannungsamplitude in MPa
- ε_a Dehnungsamplitude in %
- f Frequenz in Hz
- $\tan \delta$ mechanischer Verlustfaktor
- E' Speichermodul in MPa

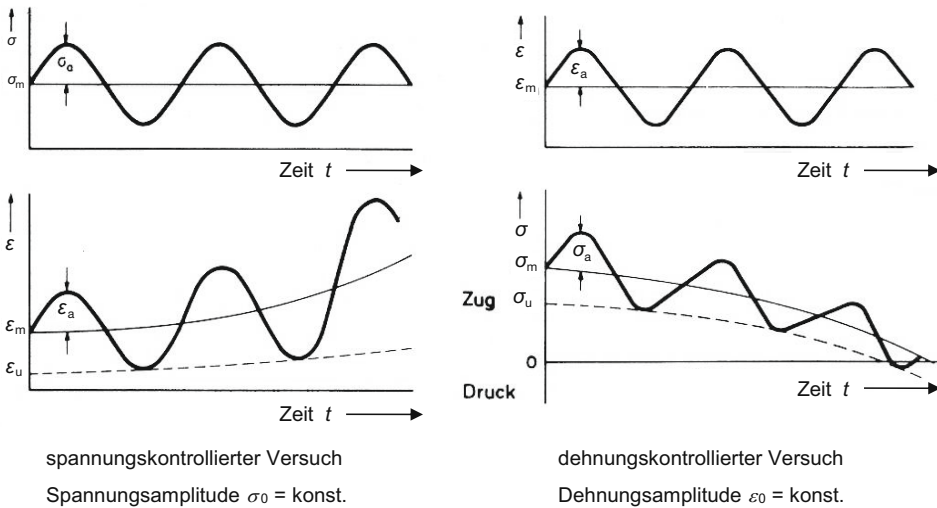


Bild 5.36 Spannungs- und Dehnungsverläufe bei Ermüdungsversuchen

Unter der Annahme, dass die schwingend belastete Probe keine Wärme an die Umgebung abführt, errechnet sich die Temperaturanstiegsgeschwindigkeit dT/dt in der Probe nach Gleichung 5.55.

$$\dot{T} = \frac{dT}{dt} = \frac{1}{\rho \cdot c} \cdot \dot{W}_V \quad (5.55)$$

Wenn die erzeugte Verlustleistung in einer schwingend beanspruchten Probe größer ist als der an die Umgebung abgeführte Wärmestrom ($\dot{W}_V > \dot{Q}$), dann tritt thermisches Versagen der Probe ein.

Jede Schwingbeanspruchung ist durch eine Mittelspannung σ_m und eine ihr überlagerte Spannungsamplitude σ_a gekennzeichnet. Die Gesamtbeanspruchung einer Probe bei einer Dauerschwingprüfung ergibt sich nach Gleichung 5.56.

$$\sigma_D = \sigma_m \pm \sigma_a \quad (5.56)$$

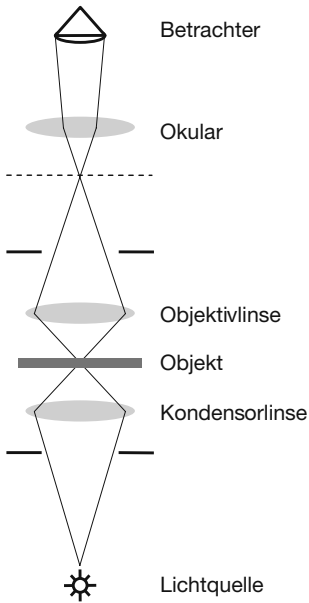


Bild 11.2 Prinzip eines Durchlichtmikroskops

Die Durchlichtmikroskopie erfordert ein transparentes oder sehr dünnes Objekt (Dünnschnitt oder Dünnschliff im Fall einer undurchsichtigen Probe), weil der Lichtstrahl das Objekt durchdringen muss. Aus undurchsichtigen Proben aus teilkristallinen Kunststoffen müssen für die Untersuchung des Gefüges im Durchlichtmikroskop etwa $10\ \mu\text{m}$ dünne Schnitte, sogenannte Dünnschnitte, angefertigt werden. Hierzu dient eine Dünnschnitteinrichtung, ein sogenanntes Mikrotom. Aus faserverstärkten oder gefüllten Proben wird anstelle eines Dünnschnitts besser ein Dünnschliff durch Schleifen hergestellt. Harte Füllstoffe in einem vergleichsweise weichen Kunststoff können nicht mit dem Mikrotom geschnitten werden.

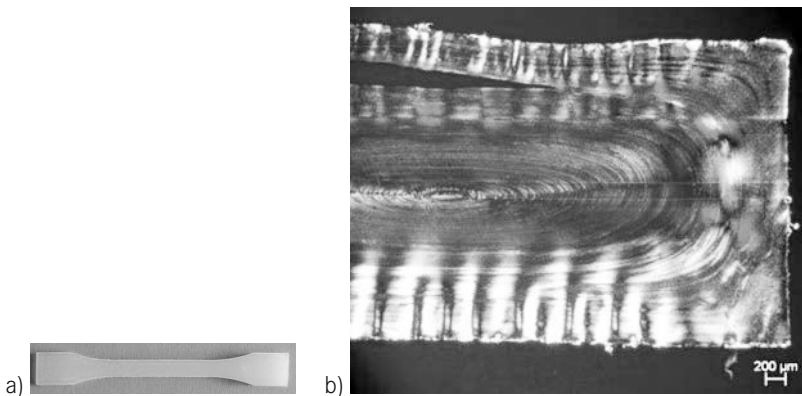


Bild 11.3 Durchlichtmikroskopie am Dünnschnitt eines undurchsichtigen Formteils
 a) Probekörper aus teilkristallinem Kunststoff
 b) Durchlichtmikroskopische Aufnahme am Dünnschnitt; Ausschnitt aus dem Querschnitt

Bei Auflicht- und Durchlichtmikroskopie (Bild 11.3b) lassen sich neben der normalen Hellfeldmikroskopie noch Dunkelfeld-, Phasenkontrast-, Interferenzkontrast- und Polarisationskontrastmikroskopie unterscheiden. Diese verschiedenen Techniken werden zur möglichen Verbesserung des Abbildungskontrastes eingesetzt, um Einzelheiten der jeweiligen Mikrostruktur besser sichtbar zu machen (Tabelle 11.1).

Tabelle 11.1 Kontrastverfahren in der Mikroskopie

Kontrastverfahren	Beschreibung
Dunkelfeld	für die Beurteilung von Grenzflächen (Risse) und Füllstoffverteilungen
Phasenkontrast	spricht besonders auf Dichteunterschiede in der Probe an, eventuell in Kombination mit Polarisation
Interferenzkontrast	spricht bei amorphen Proben auf Dichteunterschiede und Orientierung des Gefüges an
Polarisation	erkennt Dichteunterschiede, Orientierungen und Eigenspannungen

11.2.1 Probenpräparation

Für die mikroskopische Untersuchung der Gefügestruktur von Prüflingen bedarf es in geeigneter Weise präparierter Untersuchungsproben, Tabelle 11.2.

Tabelle 11.2 Proben zur mikroskopischen Untersuchung von Werkstoffgefügen von Formteilen

Werkstoff	Probe
Kunststoff, verstärkter Kunststoff, Metall-Kunststoff-Verbunde	Anschliff (Querschliff)
Kunststoff, Elastomer	Dünnschnitt
Verstärkter Kunststoff, Metall-Kunststoff-Verbunde	Dünnschliff

Zur Untersuchung des Gefüges eines Formteils wird an der interessierenden Stelle im Teil zunächst ein Querschnitt erzeugt (Bild 11.4). Für eine auflichtmikroskopische Untersuchung der Querschnittfläche wird diese dann geschliffen und anschließend poliert (Anschliff). Faserorientierungen und Fehlstellen in Formteilen lassen sich so feststellen und ihre Lage und geometrische Ausdehnung ermitteln (Bild 11.5).