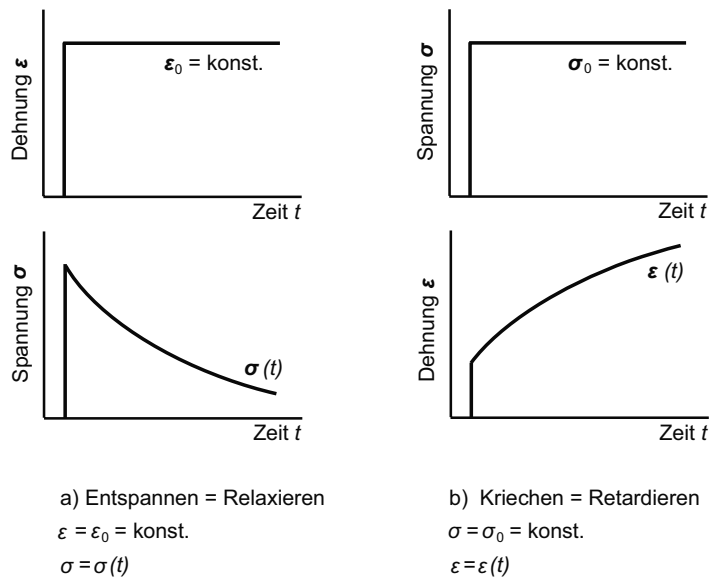


Erfolgt eine kurzzeitige Belastung mit hoher Frequenz oder Belastung bei tiefer Temperatur, verhält sich der Kunststoff steif. Die Gesamtsteifigkeit  $E$  entspricht der Summe der Einzelsteifigkeiten  $E_1 + E_2$ , da sich der Dämpfer mit der Viskosität  $\eta$  praktisch starr verhält.

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  $\epsilon_0$ , 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  $\sigma_0$ , 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.

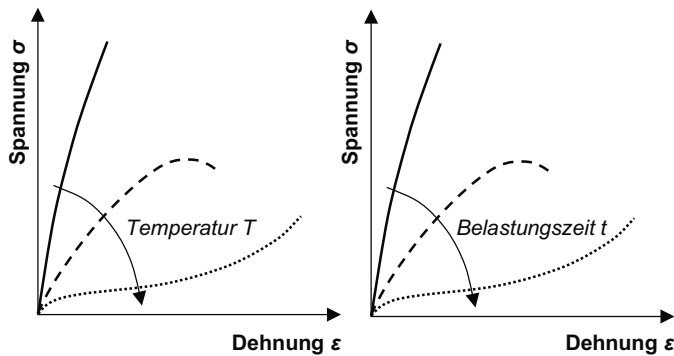
Der zeitabhängige Elastizitätsmodul bei konstanter Spannung wird als Kriechmodul  $E_C$  bezeichnet (Gleichung 1.4).

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

## ■ 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-

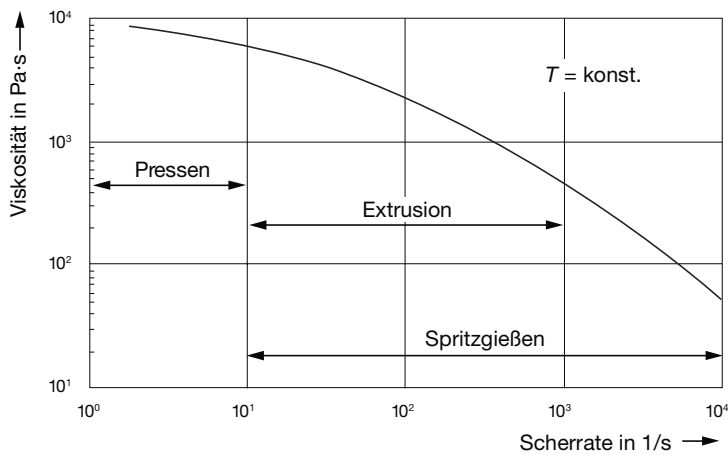
dukte früher dauerfest ausgelegt waren, dann sind sie heute überwiegend nur noch zeitfest dimensioniert. Aus den dargelegten Gründen wird es zunehmend wichtig, die Gebrauchseigenschaften von Kunststoffen exakt zu charakterisieren, festgelegte Werkstoffe für eine Anwendung auf ihre Identität zu prüfen 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.

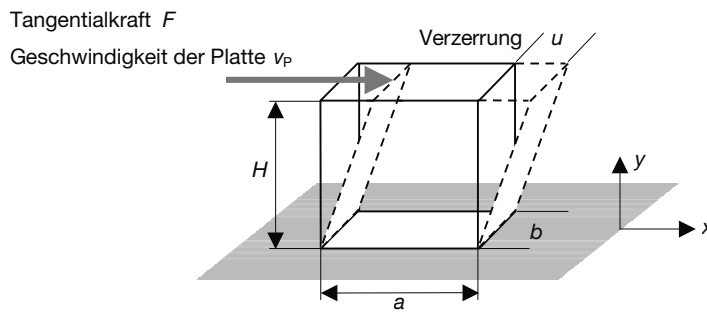


**Bild 4.1** Einfluss der verfahrensbedingten Scherrate auf die Schmelzeviskosität eines Kunststoffes bei konstanter Temperatur (schematisch)

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  $\gamma$  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  $\tau$  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  $\tau$  und Scherung  $\gamma$  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  $\tau$  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 51562) (Fortsetzung)

Durchflusszeit in s	Korrektursekunden <sup>1</sup>				
	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.

<sup>1</sup> 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  $\sigma_a$  konstant gehalten wird, kriecht (retardiert) der Kunststoff über die Zeit (Bild 5.36).
- In einem dehnungskontrollierten Schwingversuch, bei dem die Verformungsamplitude  $\varepsilon_a$  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  $\sigma_a = \text{konstant}$

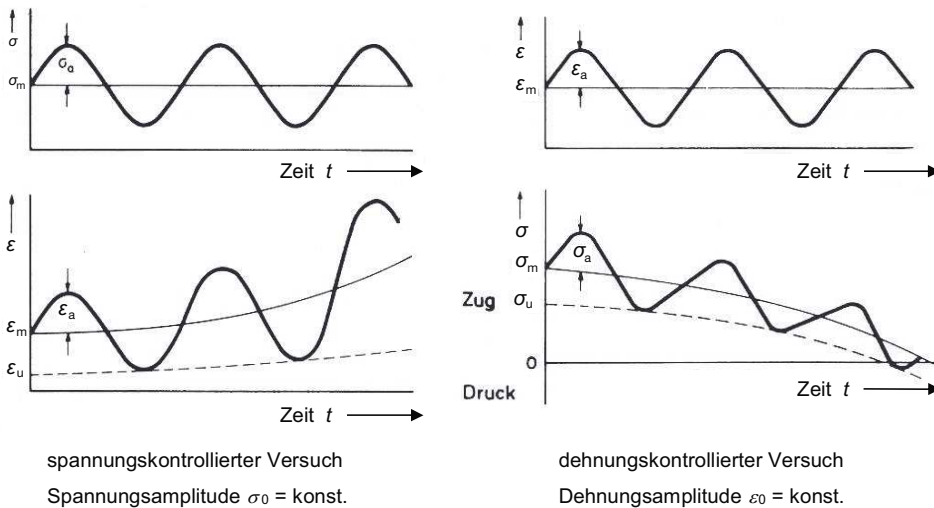
$$\dot{W}_V = \sigma_a^2 \cdot f \cdot \pi \cdot \tan \delta / E' \quad (5.53)$$

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:

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



**Bild 5.36** Spannungs- und Dehnungsverläufe bei Ermüdungsversuchen

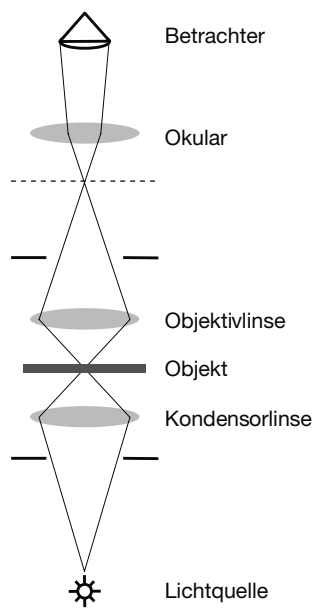
Unter der Annahme, dass die schwingend belastete Probe keine Wärme an die Umgebung abführt, errechnet sich die Temperaturanstiegsgeschwindigkeit  $dT/dt$  in der Probe nach Gleichung 5.55.

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

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.

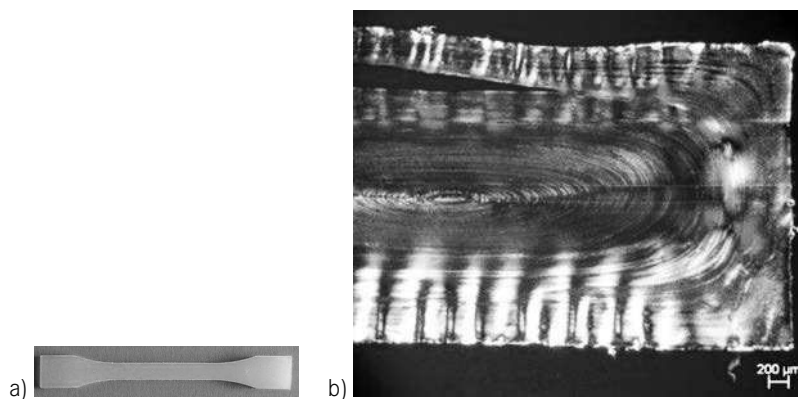
Jede Schwingbeanspruchung ist durch eine Mittelspannung  $\sigma_m$  und eine ihr überlagerte Spannungsamplitude  $\sigma_a$  gekennzeichnet. Die Gesamtbeanspruchung einer Probe bei einer Dauerschwingprüfung ergibt sich nach Gleichung 5.56.

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



**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 Polarisierung
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).