

# Zeitschrift Kunststofftechnik Journal of Plastics Technology

archivierte, rezensierte Internetzeitschrift des Wissenschaftlichen Arbeitskreises Kunststofftechnik (WAK)  
archival, reviewed online Journal of the Scientific Alliance of Polymer Technology  
www.kunststofftech.com; www.plasticseng.com

eingereicht/handed in: 03.05.2006  
angenommen/accepted: 19.06.2006

**C. Dallner, M.Sc., Prof. em. Dr.-Ing. Dr. h.c. G. W. Ehrenstein;  
Lehrstuhl für Kunststofftechnik, Universität Erlangen-Nürnberg**

## **Thermische Einsatzgrenzen von Kunststoffen Teil II: Dynamisch-mechanische Analyse unter Last**

*In Teil I des Aufsatzes wurden Methoden zur Ermittlung thermischer Einsatzgrenzen unter statischer Belastung vergleichend vorgestellt. Ausgehend von Modellen zur Beschreibung des langzeitigen Verformungsverhaltens wurde eine thermische Einsatzgrenze auf Grundlage einer zulässigen Dehnung definiert. Dieser Vorgehensweise wird im zweiten Teil des Aufsatzes die weit verbreitete Methode gegenübergestellt, thermische Einsatzgrenzen als Beginn des Abfalls des temperaturabhängigen Schubmoduls aus dem DMA-Versuch zu bestimmen. Mit Hilfe einer DMA für höhere Lasten wird der Einfluss der Höhe der Belastung mit erfasst. Es wird gezeigt, dass übliche Niedriglast-DMA-Versuche im Bereich der linearen Viskoelastizität zu deutlich optimistischen thermischen Belastungsgrenzen führen. Die Gründe hierfür werden analysiert und richtige Abschätzungen vorgeschlagen.*

### **Autor/author**

Prof. em. Dr.-Ing. Dr. h.c. G. W. Ehrenstein  
Claus Dallner, M.Sc.  
Universität Erlangen-Nürnberg  
Lehrstuhl für Kunststofftechnik  
Am Weichselgarten 9  
D-91058 Erlangen  
E-Mail-Adresse: dallner@lkt.uni-erlangen.de  
Webseite: www.lkt.uni-erlangen.de

### **Verlag/Publisher:**

Carl-Hanser-Verlag  
Jürgen Harth  
Ltg. Online-Services & E-Commerce,  
Fachbuchanzeigen und Elektronische Lizenzen  
Kolbergerstrasse 22  
D-81679 München  
Tel.: 089/99 830 - 300  
Fax: 089/99 830 - 156  
E-mail: harth@hanser.de

### **Herausgeber/Editor:**

Europa/Europe  
Prof. em. Dr.-Ing. Dr. h.c. G. W. Ehrenstein, verantwortlich  
Lehrstuhl für Kunststofftechnik  
Universität Erlangen-Nürnberg  
Am Weichselgarten 9  
D-91058 Erlangen  
Deutschland  
Phone: +49/(0)9131/85-29700  
Fax.: +49/(0)9131/85-29709  
E-Mail-Adresse: ehrenstein@lkt.uni-erlangen.de

Amerika/The Americas  
Prof. Dr. Tim A. Osswald, responsible  
Polymer Engineering Center, Director  
University of Wisconsin-Madison  
1513 University Avenue  
Madison, WI 53706  
USA  
Phone: +1/608 263 9538  
Fax.: +1/608 265 2316  
E-Mail-Adresse: osswald@engr.wisc.edu

### **Beirat/Editorial Board:**

Professoren des Wissenschaftlichen Arbeitskreises Kunststofftechnik/  
Professors of the Scientific Alliance of Polymer Technology

## THERMISCHE EINSATZGRENZEN VON KUNSTSTOFFEN TEIL II: DYNAMISCH-MECHANISCHE ANALYSE UNTER LAST

C. Dallner, G. W. Ehrenstein

Lehrstuhl für Kunststofftechnik, Universität Erlangen-Nürnberg

**Dieser Beitrag ist Herrn Prof. Dr.-Ing. Dr.-Ing. E.h. W. Michaeli zur Vollendung seines 60. Lebensjahres gewidmet.**

In Teil I des Aufsatzes wurden Methoden zur Ermittlung thermischer Einsatzgrenzen unter statischer Belastung vergleichend vorgestellt. Ausgehend von Modellen zur Beschreibung des langzeitigen Verformungsverhaltens wurde eine thermische Einsatzgrenze auf Grundlage einer zulässigen Dehnung definiert.

Dieser Vorgehensweise wird im zweiten Teil des Aufsatzes die weit verbreitete Methode gegenübergestellt, thermische Einsatzgrenzen als Beginn des Abfalls des temperaturabhängigen Schubmoduls aus dem DMA-Versuch zu bestimmen. Mit Hilfe einer DMA für höhere Lasten wird der Einfluss der Höhe der Belastung mit erfasst. Es wird gezeigt, dass übliche Niedriglast-DMA-Versuche im Bereich der linearen Viskoelastizität zu deutlich optimistischen thermischen Belastungsgrenzen führen. Die Gründe hierfür werden analysiert und richtige Abschätzungen vorgeschlagen.

### 1 EINLEITUNG

Da die Festigkeit von Kunststoffen etwa eine Zehnerpotenz unter der von Metallen liegt, können Kunststoffbauteile auch unter relativ niedriger Last hoch beansprucht sein. Andererseits ist aus der Tatsache, dass der Elastizitätsmodul sogar um zwei Größenordnungen differiert, zu schließen, dass ein Bauteil aus einem Kunststoff eher aufgrund übergroßer Verformung unbrauchbar wird als durch katastrophales Bruchversagen. Weiterhin werden in der üblichen Konstruktionspraxis die thermoplastischen Kunststoffe meist bis in den nicht-linear viskoelastischen Bereich hinein beansprucht, so dass eine Rechnung nach den Gesetzen der Elastizitätstheorie von dem tatsächlichen Verhalten mehr oder weniger abweichende Ergebnisse liefern muss /1/. Vor allem die starke Abhängigkeit der Werkstoffkennwerte von der Temperatur, Zeit und Höhe der Belastung erschwert die Berechnung von Kunststoffbauteilen im Vergleich zu klassischen Konstruktionswerkstoffen /2/.

Eine genaue Auslegung von Kunststoffbauteilen ist daher häufig nicht möglich. So müssen überschlägige Berechnungen und Näherungsverfahren angewendet werden /3/.

Aufgrund des vielfältigen Beanspruchungsspektrums können thermische Einsatzgrenzen bei nicht genau definierten Einsatzbedingungen oft nur auf-

grund langjähriger Erfahrungen abgeschätzt werden. Eine Zusammenstellung der thermischen Einsatzgrenzen nach Oberbach, Erhard und Ehrenstein für kurz- und langfristig beanspruchte Kunststoffe befindet sich in Tabelle 1.1.

Die angegebenen Werte berücksichtigen sowohl die Änderung der mechanischen Eigenschaften mit steigender Temperatur als auch das Alterungsverhalten der Kunststoffe.

Kunststoff	Zul. Gebrauchstemperaturen in der Wärme °C					
	Oberbach		Erhard		Ehrenstein	
	kurzzeitig	dauernd	kurzzeitig	dauernd	kurzzeitig	dauernd
PS	90	80	90	60	90	80
ABS	95	80	95	85	95	85
PC	135	100	135	100	135	100
PMMA	-	-	90	65	90	85
PEI	-	-	-	-	-	170
PELD	100	80	100	80	100	80
PEHD	125	100	110	90	100	90
PA6	150	80...120	180	80	160	100
PA66	170	80...120	200	90	160	100
PA46	-	-	-	-	160	110
POM	140	80...120	150	100	140	80
PBT	-	-	170	120	160	100
PPS	-	-	-	-	300	200

Tabelle 1.1: Thermische Belastungsgrenzen /3/

Nachdem in Teil I des Aufsatzes die Möglichkeiten zur Bestimmung der thermischen Einsatzgrenzen unter langzeitiger statischer Beanspruchung vorgestellt wurden, liegt der Schwerpunkt des folgenden Beitrages in der Ermittlung kurzzeitiger thermischer Einsatzgrenzen unter dynamischer Belastung, wobei die Belastungshöhe auch den Bereich der nicht-linearen Viskoelastizität erreicht.

## 2 GRUNDLAGEN

### 2.1 Verformungsverhalten von Kunststoffen unter dynamischer Belastung

Das Verhalten polymerer Werkstoffe bei zeitlich periodischer Beanspruchung wird im Bereich kleiner Schwingweiten durch das linear viskoelastische Werkstoffgesetz beschrieben. Die Dehnung erfolgt im Probekörper phasenverschoben zur Spannung, Bild 2.1.

$$\sigma(t) = \hat{\sigma} \cdot \sin(\omega t) \quad (\text{Gleichung 2.1})$$

$$\varepsilon(t) = \hat{\varepsilon} \cdot \sin(\omega t - \varphi) \quad (\text{Gleichung 2.2})$$

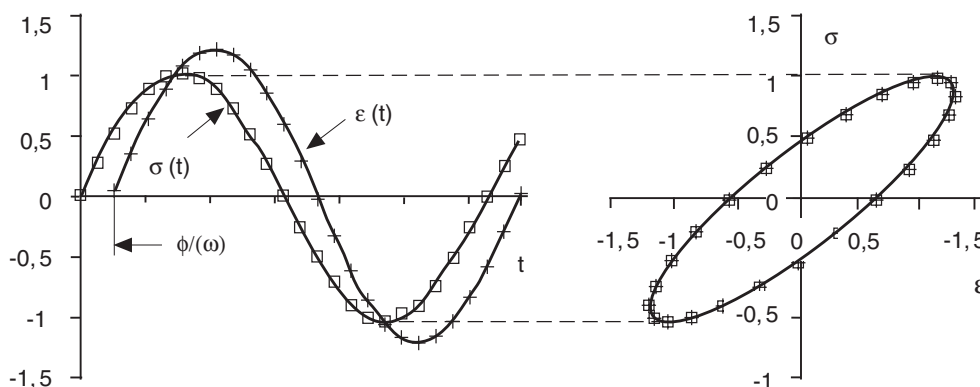
Aus Gleichung 2.1 und Gleichung 2.2 kann der komplexe Elastizitätsmodul abgeleitet werden:

$$E^* = \frac{\hat{\sigma}}{\hat{\varepsilon}} (\cos \varphi + j \sin \varphi) \quad (\text{Gleichung 2.3})$$

Dieser wird in den in Phase schwingenden Speichermodul  $E'$  und den um  $90^\circ$  verschobenen Verlustmodul  $E''$  aufgeteilt. Aus diesen Größen wird der Verlustfaktor  $d$  als Relativmaß für den Energieverlust bei einer Schwingung als Quotient von Verlust- zu Speichermodul oder direkt aus der Phasenverschiebung abgeleitet:

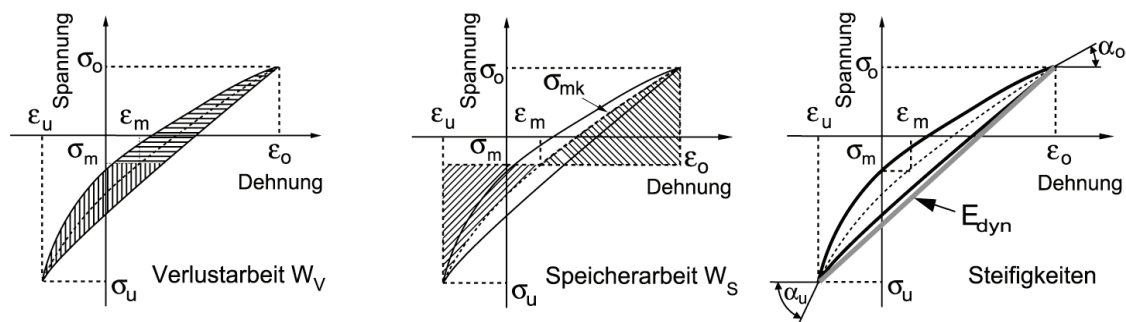
$$\frac{E''}{E'} = \tan \varphi = d \quad (\text{Gleichung 2.4})$$

Voraussetzung für die dargestellte dynamische Messmethode ist die Gültigkeit des linear viskoelastischen Materialverhaltens. Dies ist nur im Bereich kleiner Schwingweiten erfüllt.



**Bild 2.1:** Hysteresisschleife eines linear viskoelastischen Werkstoffes

Sollen Werkstoffkennwerte und deren Änderung im nicht-linear viskoelastischen Bereich während der Messung erfasst werden, bietet sich das Hysteresis-Messverfahren zur Auswertung des Werkstoffverhaltens an, Bild 2.2 /4/.



**Bild 2.2:** Kennwerte des Hysteresis-Messverfahrens

links: Verlustarbeit  $W_V$   
 mitte: Speicherarbeit  $W_S$   
 rechts: Steifigkeiten  $E_{dyn}$

Die Differenz zwischen aufgenommener und abgebender Arbeit ist die Verlustarbeit  $W_V$ . Sie entspricht geometrisch der Fläche innerhalb der Schleife:

$$W_V = \frac{1}{2} (\oint \sigma d\varepsilon - \oint \varepsilon d\sigma) \quad (\text{Gleichung 2.5})$$

Die Speicherarbeit  $W_S$  ist definiert als die Fläche zwischen der Mittenkurve  $\sigma_{mk}(\varepsilon)$  und der Mittelspannung  $\sigma_m$ :

$$W_S = \int (\sigma_{mk} - \sigma_m) d\varepsilon \quad (\text{Gleichung 2.6})$$

Das Verhältnis von Verlust- zu Speicherarbeit wird als Dämpfung bezeichnet.

$$\Lambda = \frac{W_V}{W_S} \quad (\text{Gleichung 2.7})$$

Der dynamische Modul ist als Sekantenmodul definiert:

$$E_{dyn} = \frac{\sigma_o(\varepsilon_o) - \sigma_u(\varepsilon_u)}{\varepsilon_o - \varepsilon_u} \quad (\text{Gleichung 2.8})$$

Das numerische Hysteresis-Messverfahren bietet gegenüber der analytischen Betrachtung die Möglichkeit, alle Arten der Verformung, von elastisch bis hin zur nicht-linear viskoelastischen Verformung zu beschreiben.

Im Bereich der nicht-linearen Viskoelastizität muss somit statt einer Winkelbeziehung eine Flächenbetrachtung eingeführt werden. Flächenbetrachtungen haben den Vorteil, dass die Kennwerte nicht aufgrund einer einzelnen Größe (Phasenverschiebung), sondern aufgrund eines integralen Wertes berechnet werden und somit deutlich weniger fehleranfällig sind.

## 2.2 Definitionen kurzzeitiger thermischer Einsatzgrenzen

### 2.2.1 Wärmeformbeständigkeit

Die Problematik der Bestimmung thermischer Einsatzgrenzen wird deutlich bei den genormten Einpunkt-Schnellbestimmungsmethoden, der sog. Formbeständigkeit in der Wärme z.B. nach Vicat oder DIN EN ISO 75. Diesen Methoden ist gemeinsam, dass Probekörper unter definierter Belastung mit einer bestimmten Aufheizgeschwindigkeit erwärmt werden und dabei die Zunahme der Deformation gemessen wird. Als Formbeständigkeitstemperatur wird die Temperatur definiert, bei der die Deformation einen bestimmten Wert erreicht hat.

Die Ermittlung der Wärmeformbeständigkeitstemperatur nach DIN EN ISO 75 (auch HDT, Heat Deflection Temperature, genannt) ist weit verarbeitet. Dabei wird ein Probekörper (Länge > 110 mm, Breite 3,0 bis 4,2 mm, Höhe 9,8 bis 15 mm) hochkant auf Dreipunktbiegung bei einem Auflagerabstand von 100 mm belastet. Die Prüfung der Durchbiegung erfolgt im Ölbad bei 2 K/min Heizrate. Die Wärmeformbeständigkeitstemperatur nach DIN EN ISO 75 wird bei einer Randfaserdehnung von 0,2% erreicht. Die im Bauteil auftretenden Randfaserstressungen können je nach der gewählten Methode 1,80 N/mm<sup>2</sup> (Methode A), 0,45 N/mm<sup>2</sup> (Methode B) oder 8,0 N/mm<sup>2</sup> (Methode C) betragen. Teil 2 der DIN EN ISO 75 beschreibt die Bestimmung der Wärmeformbeständigkeitstemperatur für Thermoplaste und Hartgummi, Teil 3 für hochfeste duroplastische Lamine und langfaserverstärkte Kunststoffe.

In Bild 2.3 sind der Torsionsmodul und die nach drei genormten Methoden zur Bestimmung der Formbeständigkeit in der Wärme ermittelten Werte für PC und luftfeucht konditioniertes PA6 dargestellt. Es gibt keinen erkennbaren systematischen Zusammenhang zwischen diesen Messgrößen. Ebenso lässt sich kein zwingender Zusammenhang zu den aus Erfahrung resultierenden zulässigen Gebrauchstemperaturen herstellen.

Für konditioniertes PA liegen die sog. Wärmeformbeständigkeiten zwischen 53 und 205°C, bei PC zwischen 116 und 150°C. Dies ist u.a. auch darauf zurückzuführen, dass die Spannungen wie auch die Grenzwerte der Verformung je nach Methoden unterschiedlich sind.

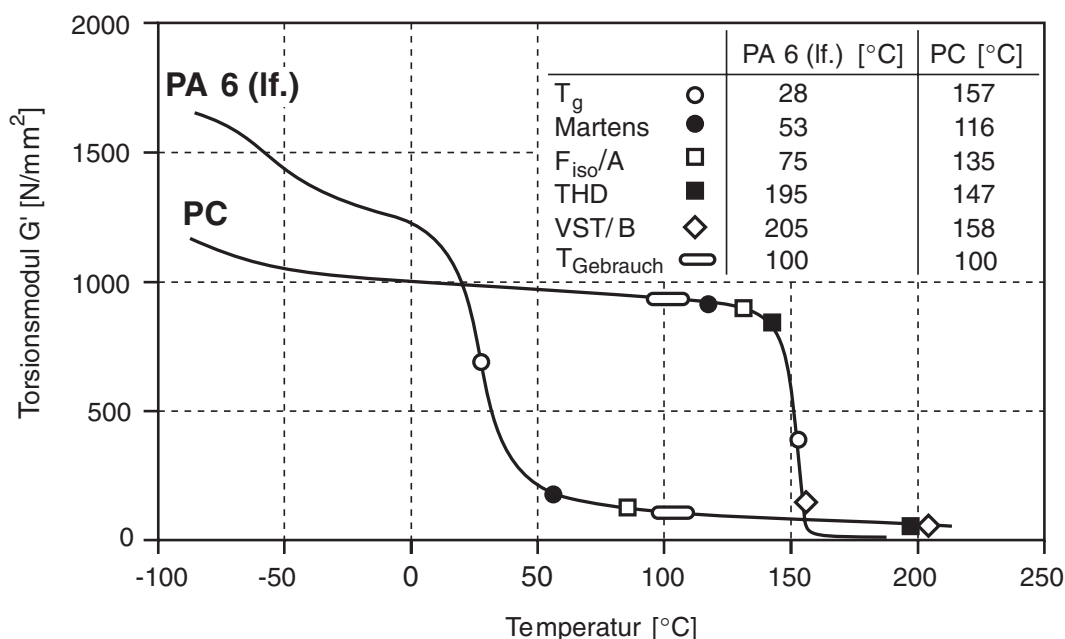
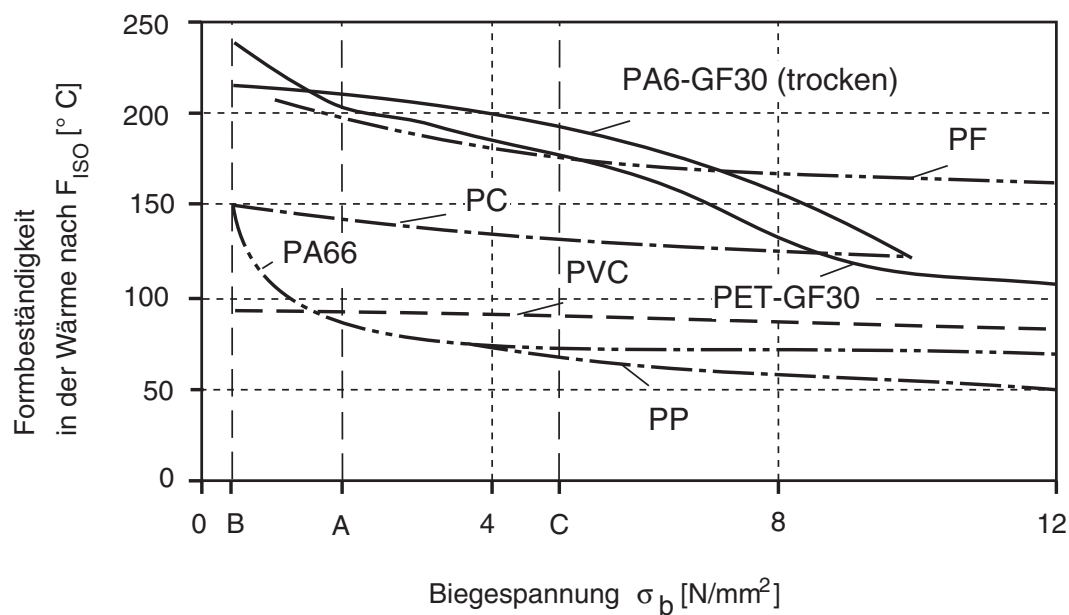


Bild 2.3: Torsionsmodul  $G'$  über der Temperatur und Formbeständigkeit in der Wärme /5/

- $T_g$  Glasübergangstemperatur, definiert durch die halbe Höhe zwischen den Schnittpunkten der Tangenten ober- und unterhalb des Erweichungsbereichs mit der Tangente an den Steilabfall
- Martens DIN 53 462: Temperatur, bei der sich unter 4 – Punkt – Belastung ( $\sigma_B = 5 \text{ N/mm}^2$ ) ein Belastungshebel ( $l = 240 \text{ mm}$ ) um 6 mm gesenkt hat
- $F_{iso}/A$  ISO 75, Methode A: Temperatur, bei der sich eine Biegeprobe in einem Wärmebad bei mittig aufgebracht Belastung ( $\sigma_B = 1,80 \text{ N/mm}^2$ ) je nach Dicke des Probekörpers um einen bestimmten Betrag durchbiegt
- THD Tensile Heat Distortion, ASTM D 1637: Temperatur, bei der sich ein Probekörper unter Zugbeanspruchung ( $\sigma = 0,345 \text{ N/mm}^2$ ) in einem Wärmebad um 2 % verformt
- VST/B Vikat, Methode B: Temperatur, bei der ein runder Eindringkörper ( $A = 1 \text{ mm}^2$ ) bei senkrechter Belastung mit ( $F = 50 \text{ N}$ ) 1 mm eingedrungen ist
- $T_{Gebrauch}$  Erfahrungswert zur Dauergebrauchstemperatur /3/

Selbst innerhalb einer Methode zur Bestimmung der Wärmeformbeständigkeit hängt die Einsatzgrenze stark von der aufgetragenen Belastungshöhe ab, Bild 2.4. Besonders bei den teilkristallinen Werkstoffen ist eine starke Abhängigkeit der Formbeständigkeitstemperatur von der Biegespannung zu erkennen.





**Bild 2.4:** Spannungsabhängigkeit der Formbeständigkeit in der Wärme in Anlehnung an DIN EN ISO 75 (nach Oberbach)

Die zur Charakterisierung des Temperatur-Steifigkeits-Verhaltens von Kunststoffen herangezogenen genormten Methoden sind alleine nicht in der Lage, dem Konstrukteur zuverlässige Werte zu liefern. Wärmeformbeständigkeiten eignen sich somit, obwohl vielfach ermittelt und in Datenblättern angegeben, kaum zur Ermittlung einer thermischen Einsatzgrenze.

### 2.2.2 Einsatzgrenzen unter dynamischer Belastung

Die Festlegung sinnvoller Belastungsgrenzen bei dynamischer Beanspruchung wird durch die Vielfalt der Belastungsmöglichkeiten und dem starken Einfluss thermischer Verhältnisse durch die hohe Eigendämpfung und schlechte Wärmeleitfähigkeit der Kunststoffe erschwert.

In Bild 2.5 sind die wichtigsten Belastungsfälle für Kunststoffe dargestellt. Das Ermüdungsverhalten von Kunststoffen wird meist anhand von Wöhlerkurven beschrieben, Bild 2.6. Dazu wird die Bruchschwingspielzahl, die in Dauerschwingversuchen bei konstanter Frequenz ermittelt wird, für verschiedene Spannungsamplituden angegeben. Für viele Metalle nähert sich die Wöhlerkurve bei großen Schwingspielzahlen asymptotisch einem Grenzwert an, so dass bei Belastungen unterhalb dieses Wertes mit Lebensdauern größer  $10^7$  gerechnet werden kann.



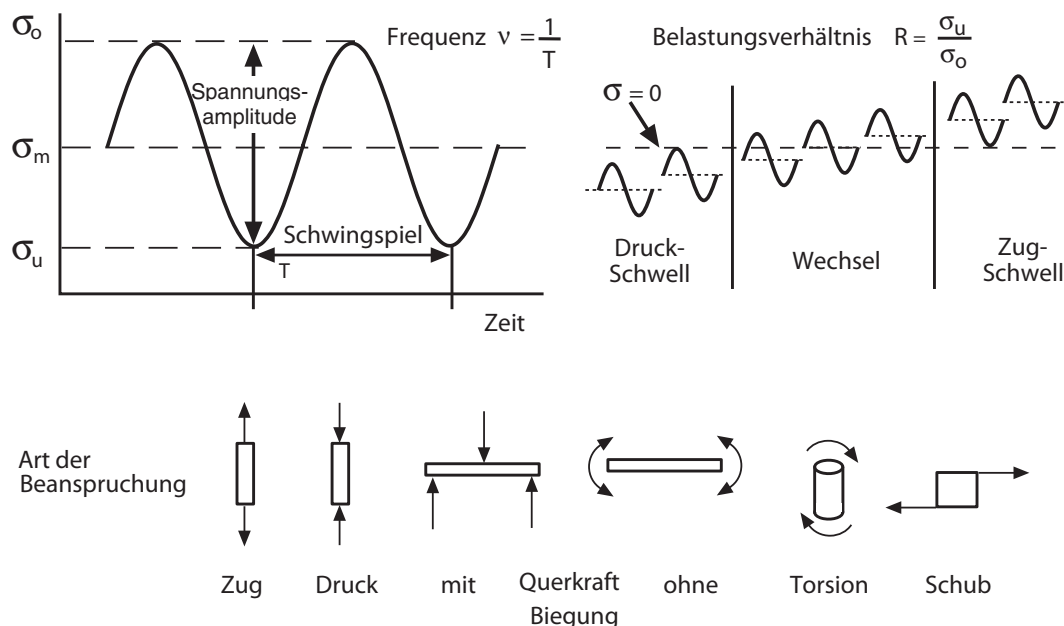


Bild 2.5: Belastungsfälle für dynamische Beanspruchungen /3/

$\sigma_o$  = Oberspannung;  $\sigma_m$  = Mittelspannung;  $\sigma_u$  = Unterspannung

Im Gegensatz dazu kann bei Kunststoffen im Bereich praxisrelevanter Belastungen keine derartige „Dauerschwingfestigkeit“ festgestellt werden /6/. Wöhlerkurven werden durch Kerben, Bindenähte erhöhte Frequenzen, größere Querschnitte und Chemikalienbelastung zu niedrigeren Belastungsgrenzen, durch zunehmende Faser- und Molekülorientierung sowie günstige Wärmeableitung und Belastungspausen zu höheren Grenzen verschoben.

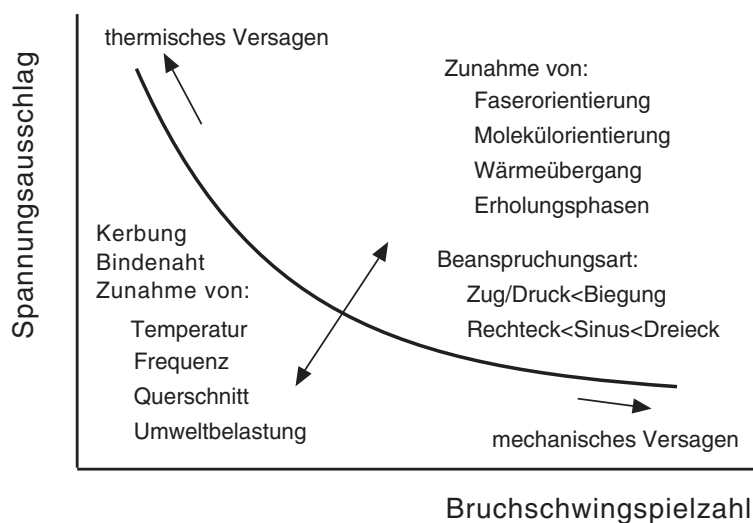
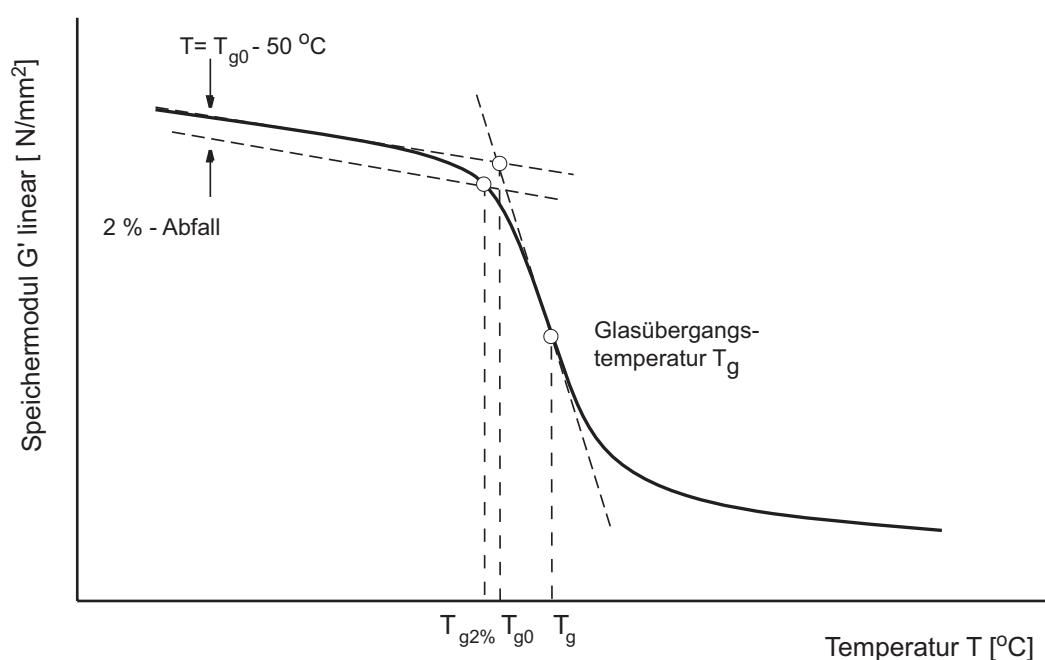


Bild 2.6: Einflüsse auf die Lage der Wöhlerkurve bei dynamischer Beanspruchung von Kunststoffen /7/

### Einsatzgrenze im energieelastischen Bereich

Eine Möglichkeit zur Bestimmung von thermischen Einsatzgrenzen weit vor dem Bruch liegt in der Betrachtung der Änderung mechanischer Eigenschaften wie z.B. des E-Moduls mit steigender Temperatur. Ein Vorschlag für Kunststoffe in der Praxis ist die Auswertung von DMA-Kurven nach der sog. 2% Methode nach DIN 65 583 /8/ ausgewertet. Zur Bestimmung der Einsatzgrenze wird 50°C unterhalb der Glasübergangstemperatur eine Tangente an die Kurve angelegt und im Abstand von 2% dieses Modulwertes eine Parallele konstruiert, deren Schnittpunkt mit der Modulkurve den Beginn des Glasübergangs und somit einen starken, temperaturabhängigen Abfall der mechanischen Eigenschaften charakterisiert, Bild 2.7.



**Bild 2.7:** Beginn der Erweichung von Kunststoffen nach der 2%-Methode (DIN 65 583)

$T_{g2\%}$	Beginn des Glasübergangs nach der 2%-Methode
$T_{g0}$	Beginn des Glasübergangs nach der Tangentenmethode
$T_g$	Glasübergang nach der Wendepunktmethode
2%-Abfall	Modulabfall von 2% ausgehend vom Modul bei $T_{g0}-50\text{ °C}$

Bei dieser Vorgehensweise werden jedoch im Regelfall aufgrund der geringen einwirkenden Kräfte nur die elastischen Verformungsanteile erfasst und die langzeitige Kriechverformung tritt bei der schwingenden Belastung und den kurzen Messzeiten nicht auf. Diese Einsatzgrenze bezieht sich auf den Einsatz des Werkstoffes im energieelastischen Bereich und beschreibt nicht die Nutzbarkeit der Reststeifigkeit teilkristalliner Thermoplaste oberhalb deren Glasübergangstemperatur. In der Literatur wird jedoch keine weitere Richtlinie beschrieben, um

aus kurzzeitigen dynamischen Versuchen thermische Einsatzgrenzen abzuleiten.

### 2.2.3 Zeit- und Temperaturabhängigkeit des Moduls

Im Gegensatz zu einem weitgehend elastischen zeigt ein viskoelastisches Material einen zeitlichen Verformungsverlauf auf eine Belastung. Während diese Reaktion im ersten Fall momentan erfolgt und damit abgeschlossen ist, reagiert das Material im zweiten Fall verzögert und erreicht erst nach einer mehr oder weniger langen Zeit einen neuen Gleichgewichtszustand.

Eine sehr wichtige Konsequenz daraus ist z.B., dass der Elastizitätsmodul als Beziehung von Spannung zu Verformung – wie auch die anderen Verformungskennfunktionen – eines viskoelastischen Materials keine Konstante ist, sondern sich im Verlauf der Beanspruchungszeit ändert. Die Ursache für dieses Verhalten sind relaxationszeitbehaftete Rückstell- und Umlagerungsvorgänge in und zwischen den langen Kettenmolekülen der Kunststoffe. Eine räumliche Darstellung des zeit- und temperaturabhängigen Moduls von ABS befindet sich in Bild 2.8 /9/. Es ist zu erkennen, wie die Moduln an den Spuren der Relaxationsmaxima bei steigender Temperatur und Belastungsdauer abfallen.

Zur Ermittlung von *Einsatzgrenzen vor allem im Bereich nicht-linear viskoelastischer Verformungen* ist die Kenntnis dieser zeit-, spannungs- und temperaturabhängigen Kenngrößen entscheidend. Es ist zu erwarten, dass die mechanischen Eigenschaften mit zunehmender Belastung bereits bei niedrigeren Temperaturen aufgrund zunehmender nicht-elastischer Verformungen deutlich abnehmen /9/.

Wird die Grenze des elastischen Verformungsverhaltens überschritten, so kommt zur Zeitabhängigkeit zusätzlich eine Abhängigkeit des Moduls von der Stärke der primären Beanspruchung hinzu:

$$\sigma(t, \varepsilon) = \varepsilon \cdot E(t, \varepsilon) \quad (\text{Gleichung 2.9})$$

Diese Gleichung kann erheblich vereinfacht werden, indem der Modul in einen zeit- und einen dehnungsabhängigen Faktor zerlegt wird:

$$\sigma(t, \varepsilon) = g(\varepsilon) \cdot E(t), \quad (\text{Gleichung 2.10})$$

wobei  $g(\varepsilon)$  im linearen Fall gleich  $\varepsilon$  ist. Der wesentliche Vorteil der Separierbarkeit des Elastizitätsmoduls besteht darin, dass die einfachen Gesetzmäßigkeiten der linearen Viskoelastizität weiterverwendet werden können, wenn die Dehnungsfunktion  $g(\varepsilon)$  gemessen wurde. Es ist jedoch in jedem Fall zu prüfen, bis zu welchem Dehnungsbetrag die Separierbarkeit gilt.

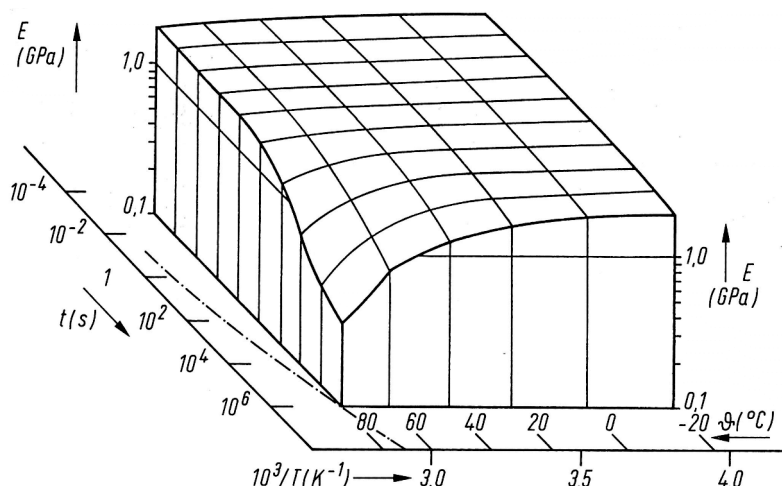


Bild 2.8: Räumliche Darstellung des zeit- und temperaturabhängigen Elastizitätsmoduls von ABS /9/

Die hohe Relevanz der zuverlässigen Ermittlung von thermischen Einsatzgrenzen wird in zahlreichen Veröffentlichungen auf dem Gebiet der Konstruktion mit Kunststoffen sogar bis in den Baubereich deutlich /10/. Es herrscht noch immer eine weit verbreitete Unsicherheit, wie diese Grenzen ermittelt werden können und mit welchen Randbedingungen sie verbunden sind.

### 3 VERSUCHSDURCHFÜHRUNG UND WERKSTOFFE

#### 3.1 Werkstoffe und Probekörper

Im Rahmen dieses Beitrages sollen die thermischen Einsatzgrenzen von teilkristallinen und amorphen Werkstoffen unter dynamischer Belastung ermittelt werden. Als Vertreter der teilkristallinen Thermoplaste werden PBT und PA66 untersucht, als Vertreter der amorphen Werkstoffe PC, ABS, PES sowie ein Epoxid-Harz.

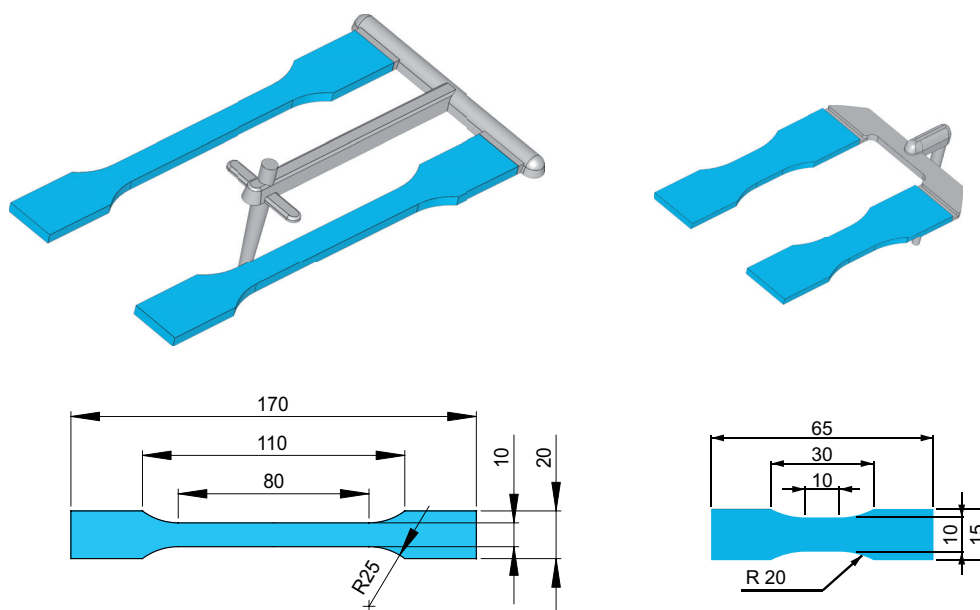
Eine Zusammenstellung der untersuchten amorphen und teilkristallinen Werkstoffe befindet sich in Tabelle 3.1.

Die in der dynamisch-mechanischen Analyse (DMA) untersuchten Probekörper wurden schonend aus den Zugstabprobekörpern gefräst, um den Einfluss wenig kristalliner Randschichten gering zu halten, Bild 3.1 links. Der Probekörper mit den Abmessungen 2x6x60 mm wurde aus der Mitte des Zugstabes entnommen. Somit soll eine Änderung der Morphologie durch Nachtempern während der Messung bei höheren Temperaturen vermieden werden.

Bezeichnung	Werkstoff	Handelsname	Hersteller
PBT	Polybutylenterephthalat	®Pocan B1501	Bayer
PA66	Polyamid	®Ultramid A3K	BASF
PC	Polycarbonat	®Makrolon 2805	BASF
ABS	Acrylnitrilbutadienstyrol	®Terluran 877T	BASF
PES	Polyethersulfon	®Ultrason 1010	BASF
Harz	Epoxidharz	®L20-VE3261	Bakelite

**Tabelle 3.1: Untersuchte Werkstoffe**

Im Falle des PA66 wurde auch der Einfluss der Randschicht in Abhängigkeit verschiedener Werkzeugtemperaturen auf die mechanischen Eigenschaften bzw. die thermischen Einsatzgrenzen ermittelt. Die Probekörper mit einer Dicke von 2 mm wurden für diesen Fall aus einem Kleinzugstab C (Ciba Geometrie), Bild 3.1 rechts, gefräst. Die Deckschichten bleiben dabei unverändert.



**Bild 3.1: Probekörpergeometrie zur Durchführung von Zug-, Kriech- sowie dynamisch-mechanischen Untersuchungen**

links: Zugstab nach EN ISO 3167, Typ A

rechts: Kleinzugstab C (Ciba-Geometrie)

### 3.2 Versuchsdurchführung

Zur Bestimmung des Einflusses der Lasthöhe auf den Verlauf des Moduls und somit auf kurzzeitige thermische Einsatzgrenzen findet im dehnungsgeregelten Versuch eine Variation der Amplitude und des Mittelwertes der Dehnung statt.

Zur Durchführung dieser Untersuchungen sind Standard-DMA-Meßgeräte nicht geeignet, da sie üblicherweise nur bei sehr kleinen Lasten, also im linear-viskoelastischen Bereich messen. Diese hier als "Niedriglast-DMA" bezeichneten Geräte wurden primär zur Charakterisierung des Temperaturverhaltens von Kunststoffen entwickelt und stoßen bei der Höhe der mechanischen Belastungen schnell an ihre Grenzen.

Mit Hilfe von „Hochlast-DMA“-Geräten ist es jedoch auch möglich, den anwendungstechnisch relevanten Bereich mittlerer Beanspruchungen zwischen Hydropulsern und Niedriglast-DMA abzudecken, Bild 3.2.

Mit Hydropulsern kann zwar ebenfalls der Bereich der nicht-linearen Viskoelastizität erfasst werden, jedoch nur mit größerem Aufwand und langsamerer Temperierbarkeit. Im Gegensatz dazu ist es mit der Hochlast-DMA möglich, die dynamisch-mechanischen Eigenschaften bis in den Bereich der nicht-linearen Viskoelastizität temperaturabhängig zu ermitteln.

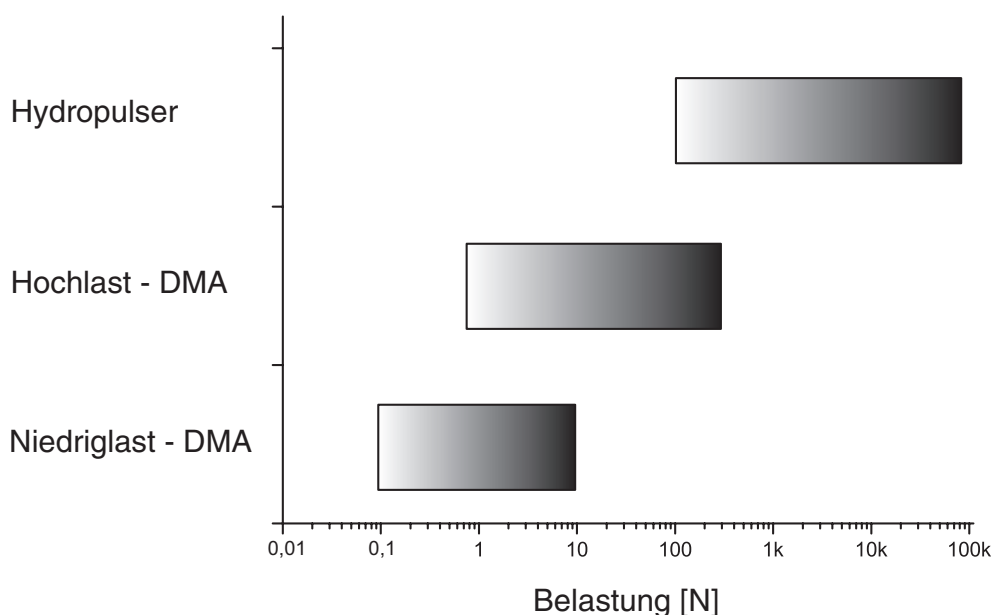


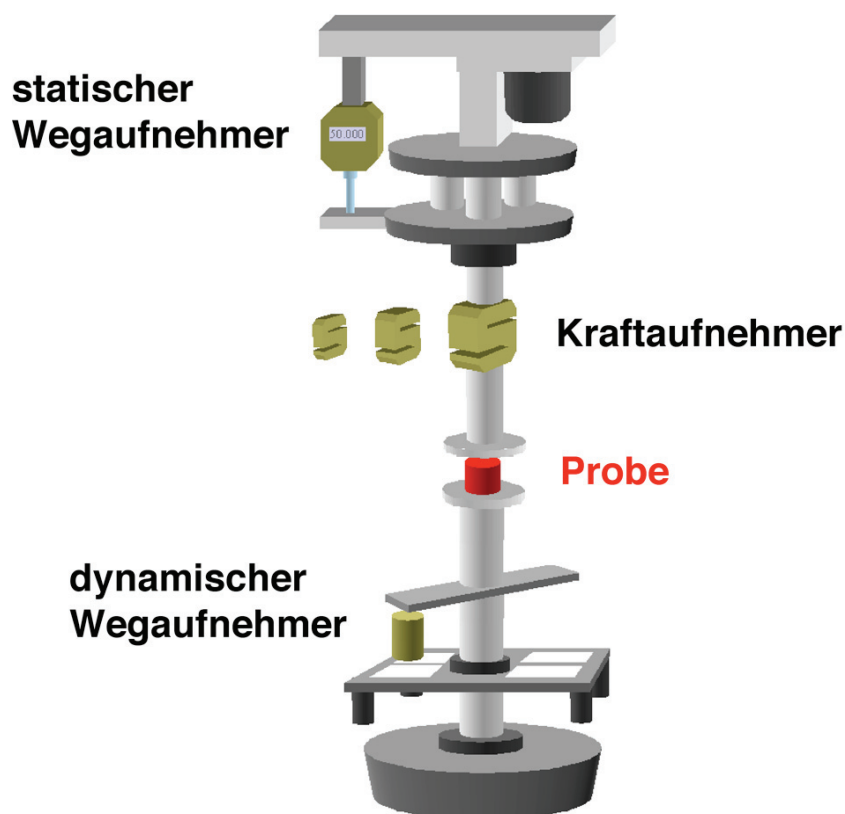
Bild 3.2: Messbare Kraftbereiche verschiedener dynamischer Prüfgeräte

#### 3.2.1 Versuchsaufbau

Bild 3.3 veranschaulicht den Aufbau und die Arbeitsweise des Hochlast-DMA-Gerätes für Biege-, Zug-, Druck- oder Scherbelastung.

Die Lastaufbringung wird formal in eine statische Vorlast, die der Mittelspannung entspricht, und in eine Spannungsamplitude aufgeteilt.

Die Vorlast wird über den Servomotor aufgebracht und über den Kraftaufnehmer und den Probenhalter in die Probe eingeleitet. Die maximale Vorlast wird durch die eingebaute Blattfeder und den Kraftaufnehmer begrenzt. Die Blattfeder dient der Entkoppelung von statischer und dynamischer Krafterzeugung. Der elektrodynamische Schwinger erzeugt eine oszillierende dynamische Verformung auf die Probe. Die Probe überträgt die daraus resultierende gleichfalls oszillierende Kraft zum Kraftaufnehmer. Die vom Kraftaufnehmer (Kraft) und Wegmesssystem (Verformung) aufgenommenen Analogsignale werden mit A-D-Konvertern digitalisiert und im Prozessrechner weiterverarbeitet und ausgewertet.



**Bild 3.3:** Schematischer Aufbau eines Hochlast-DMA-Gerätes für Biege-, Zug-, Druck- oder Scherbelastung

### 3.2.2 Versuchsauswertung

Zur Auswertung der dynamisch-mechanischen Untersuchungen muss die in Kap. 2 beschriebene numerische Auswertung des Hysteresis-Messverfahrens eingesetzt werden, da bei höheren Belastungen die analytischen Betrachtungen ihre Gültigkeit verlieren. Zur Auswertung werden somit



- die *Dämpfung*  $\Lambda$  (Gleichung 2.7)
- der *dynamische Modul*  $E_{dyn}$  (Gleichung 2.8)

herangezogen.

### 3.2.3 Prüfparameter

Die vorgestellten dynamisch-mechanischen Untersuchungen wurden im dehnungsgeregelten Versuch im Zugschwellbereich bei 3 Hz und einer Heizrate von 3K/min bei einem Klemmenabstand von 30 mm durchgeführt. Spannungsgeregelte Versuche werden nicht vorgestellt, da diese vor allem im Bereich der Glasübergangstemperatur zu starken Dehnungen der Probekörper führen.

Aus der aufgebrachten statischen Vorlast und der überlagerten Dehnungsamplitude ergibt sich eine Oberdehnung  $\varepsilon_o$  und Unterdehnung  $\varepsilon_u$ . Daraus wird häufig das Dehnungsverhältnis  $R$  aus oberer zu unterer Dehnung angegeben:

$$R = \frac{\varepsilon_o}{\varepsilon_u} \quad (\text{Gleichung 3.1})$$

Die durchgeführten Prüfungen unter Zug-Schwellbelastung stellen aufgrund des Auftretens von Rissen und einer damit einhergehenden Reduzierung des tragenden Querschnitts die im Vergleich zur Druckbelastung kritischere Belastungsform dar. In Bild 3.4 sind schematisch drei verschiedene Belastungsniveaus für dynamisch-mechanische Untersuchungen im Zug-Schwellbereich dargestellt.

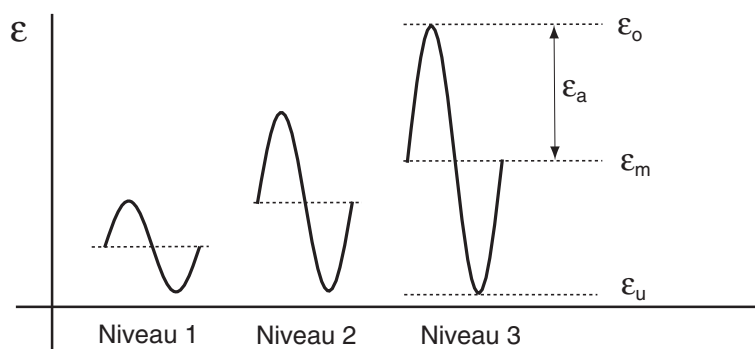


Bild 3.4: Belastungsniveaus für dehnungsgeregelte Versuche

Dabei stellt das Belastungsniveau 1 eine für den Werkstoff sehr niedrige Belastung dar, Niveau 2 eine mittlere und Niveau 3 eine deutlich hohe Belastung, Tabelle 3.2.

Belastungs- niveau	stat. Dehnung [%]	dyn. Dehnung [%]	min. Dehnung [%]	max. Dehnung [%]
1	0,05	0,02	0,03	0,07
2	0,50	0,47	0,03	0,97
3	1,00	0,97	0,03	1,97

*Tabelle 3.2: Belastungsniveaus der DMA-Untersuchungen*

Diese Parameter wurden als Standardparameter der dynamisch-mechanischen Untersuchungen gewählt. In wenigen Ausnahmefällen, die gesondert gekennzeichnet sind, wurden aufgrund des Werkstoffverhaltens abweichende Belastungsniveaus festgelegt, um für den betreffenden Kunststoff sinnvolle Belastungshöhen zu erreichen.

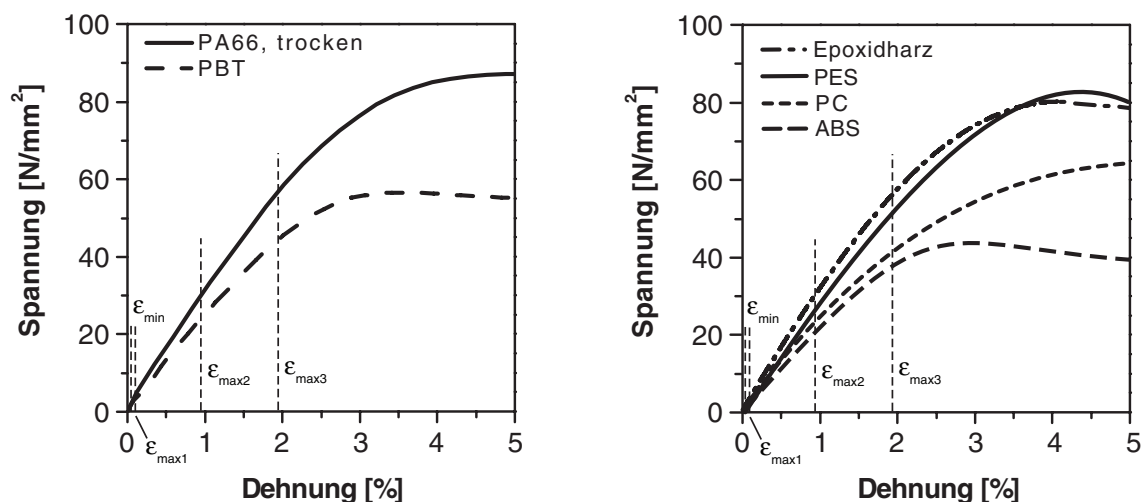
## 4 ERGEBNISSE

### 4.1 Beurteilung des Belastungsniveaus

Zur Bestimmung der Lastabhängigkeit thermischer Einsatzgrenzen auf Grundlage dynamisch-mechanischer Untersuchungen wurden Messungen bei verschiedenen Lastniveaus durchgeführt. Die Belastungen decken dabei den für DMA-Messungen üblichen Bereich der linearen Viskoelastizität bei sehr geringen Deformationen bis hin zu hohen praxisrelevanten Belastungen ab. Um die Lastniveaus in der dynamisch-mechanischen Prüfung einstufen zu können, werden diese im Spannungs-Dehnungsdiagramm eingezeichnet, Bild 4.1.

In den nachfolgenden Untersuchungen steht die Betrachtung der Temperaturabhängigkeit mechanischer Kennwerte bei verschiedenen Lastniveaus zur Ermittlung einer thermischen Einsatzgrenze anhand einer dynamisch-mechanischen Analyse im Vordergrund. Eine umfassende Beurteilung der Lastniveaus im dehnungsgeregelten DMA-Versuch setzt die Betrachtung von Spannungs-Dehnungs-Kurven der untersuchten Kunststoffe bei verschiedenen Temperaturen voraus.

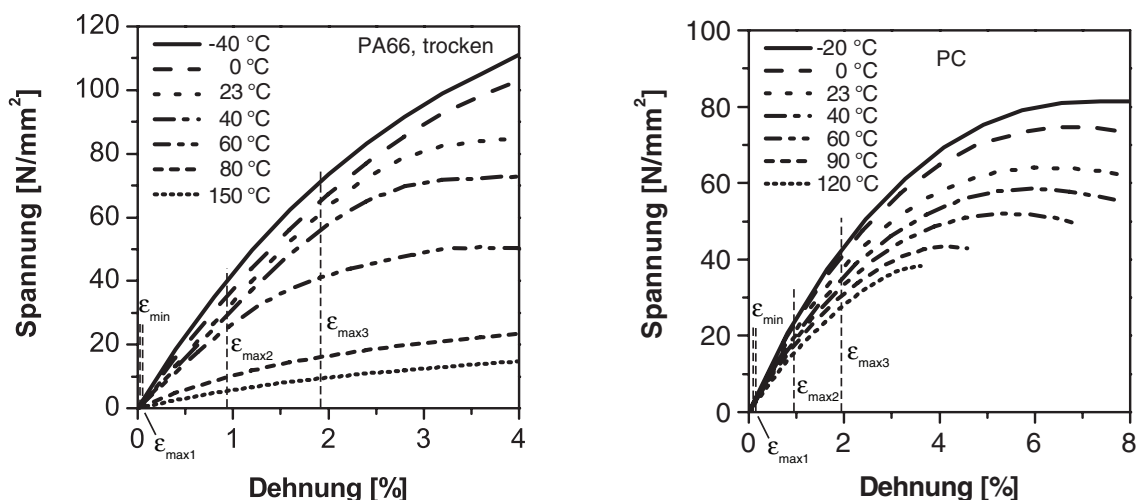
Bild 4.2 zeigt exemplarisch an einem teilkristallinen (Polyamid) und einem amorphen (Polycarbonat) Kunststoff die sich relativ zur Streckspannung und Streckdehnung ändernde Lage der Lastniveaus mit steigender Temperatur. Dargestellt sind die relevanten Bereiche bis zur Streckspannung.



**Bild 4.1:** Lastniveaus der Hochlast-DMA-Versuche im Spannungs-Dehnungs-Diagramm bei Raumtemperatur

links: teilkristalline Werkstoffe

rechts: amorphe Werkstoffe



**Bild 4.2:** Lastniveaus der Hochlast-DMA-Versuche im Spannungs-Dehnungs-Diagramm bei verschiedenen Temperaturen

links: PA66, trocken

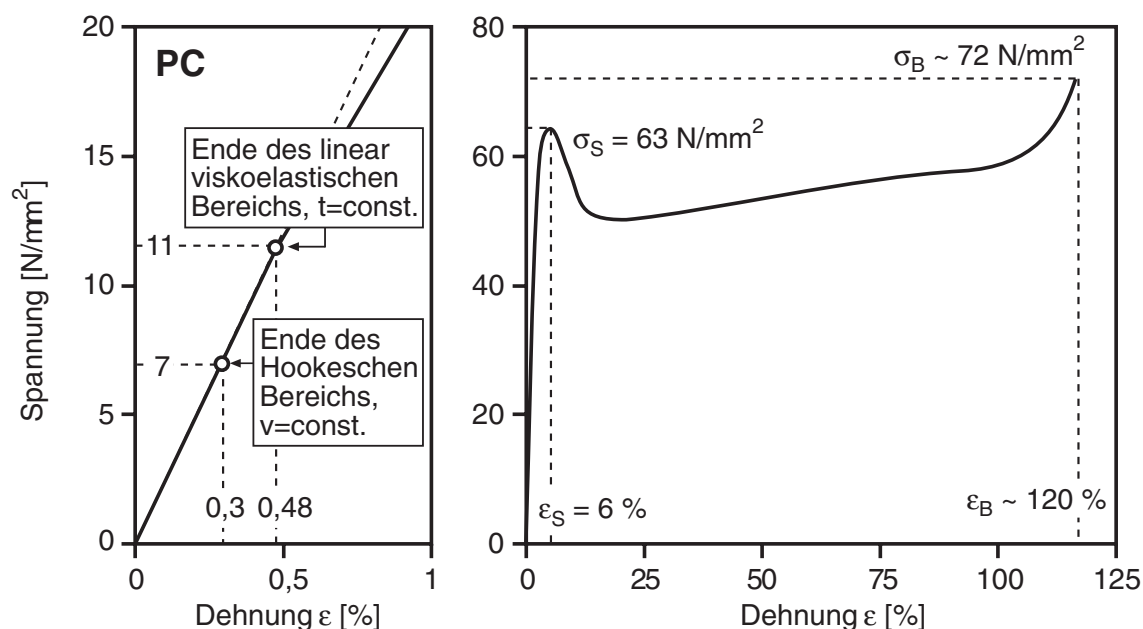
rechts: PC

Der Abstand zur Streckspannung bzw. Streckdehnung verringert sich mit steigender Temperatur teilweise deutlich, d.h. die Probe wird im dehnungsgeregelten DMA-Versuch mit steigender Temperatur trotz eines gleich bleibenden Belastungsniveaus einer relativ zur Streckspannung ansteigenden Belastung ausgesetzt.

Die im DMA-Versuch ermittelten Kennwerte stehen in engem Zusammenhang mit dem gewählten Lastniveau. Im Bereich der elastischen bzw. linear visko-

elastischen Verformung besteht keine Abhängigkeit der Kennwerte von der Höhe der Belastung. Die linear viskoelastische Verformung stellt die Grenze dar, bis zu der die Vorgänge mathematisch und physikalisch korrekt erfasst werden können. Sie wird festgelegt durch die Gültigkeit des Boltzmann'schen Superpositionsprinzips. Die Verformung oberhalb dieser Grenze wird als nicht-linear viskoelastisch bezeichnet. Die meisten konstruktiven Anwendungen werden in diesem Bereich belastet. Die Grenze der elastischen und linear-viskoelastischen Verformung liegt bei vielen Thermoplasten weit unterhalb der Bemessungsgrenzwerte.

Diese Grenzen können anhand von Spannungs-Dehnungs-Diagrammen als Abweichung vom ursprünglich linearen Kurvenverlauf ermittelt werden. Um den Zeiteinfluss zu eliminieren, müssen hierzu isochrone Spannungs-Dehnungs-Diagramme herangezogen werden, Bild 4.3.



**Bild 4.3:** Grenze der elastischen und linear viskoelastischen Verformung bei Polycarbonat im Spannungs-Dehnungs-Diagramm

Grenzen im isochronen Spannungs-Dehnungsdiagramm ermittelt

In Tabelle 4.1 befindet sich eine Zusammenfassung der Grenzen der elastischen ( $\sigma_0$ ) und linear viskoelastischen ( $\sigma_{lv}$ ) Verformung der untersuchten Werkstoffe.

Zu beachten ist hierbei die starke Abhängigkeit dieser Grenzen von der gewählten Abweichung vom ursprünglich linearen Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Diagramme.

Werkstoff	$\sigma_0$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$\sigma_{IV}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$\sigma_s$ [N/mm <sup>2</sup> ]	E [N/mm <sup>2</sup> ]
PA66 <sup>trocken</sup>	4	6	83	3.100
PBT	3	5	55	2.700
PES	8	12	82	2.800
PC	7	11	63	2.400
ABS	5	7	45	2.200
Epoxidharz	7	12	80	2.700

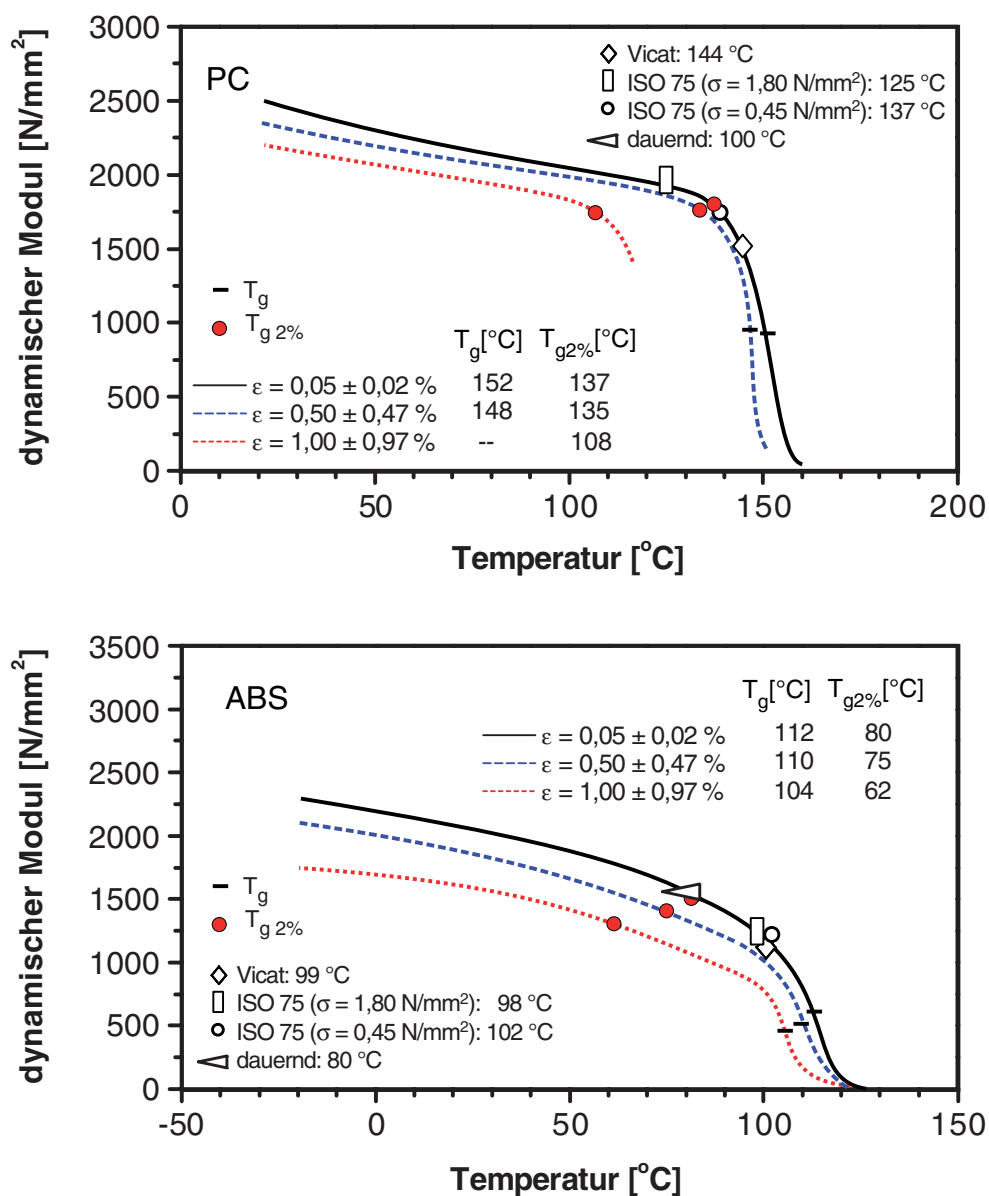
*Tabelle 4.1: Grenzen der elastischen ( $\sigma_0$ ) und linear viskoelastischen ( $\sigma_{IV}$ ) Verformung und Streckgrenze ( $\sigma_s$ ) der untersuchten Werkstoffe bei Raumtemperatur*

## 4.2 Thermische Einsatzgrenzen amorpher Werkstoffe

Die dynamisch-mechanischen Untersuchungen zeigen bei dem niedrigen Belastungsniveau 1 die gewohnten Verläufe der DMA-Kurven. Mit steigenden Belastungen weichen diese Kennwertverläufe aufgrund der Zunahme nicht-linearer Effekte deutlich ab. Besonders ausgeprägt ist der Abfall der mechanischen Eigenschaften mit steigender dynamischer Belastung bei amorphen Werkstoffen wie z.B. bei PC oder ABS zu erkennen, Bild 4.4.

Die Steifigkeit liegt bei dem hohen Belastungsniveau 3 bereits bei Raumtemperatur deutlich unterhalb der Niedriglast-DMA-Kurve (Belastungsniveau 1) und weist im Fall des Polycarbonates schon bei 110 °C einen deutlichen Abfall auf, bei 120 °C tritt der Bruch der Probe ein. Die Glasübergangstemperatur der Niedriglast-DMA Kurve wird hingegen bei 150 °C ermittelt und die Erweichung des Polycarbonates wird nach der 2%-Methode bei 132 °C bestimmt.

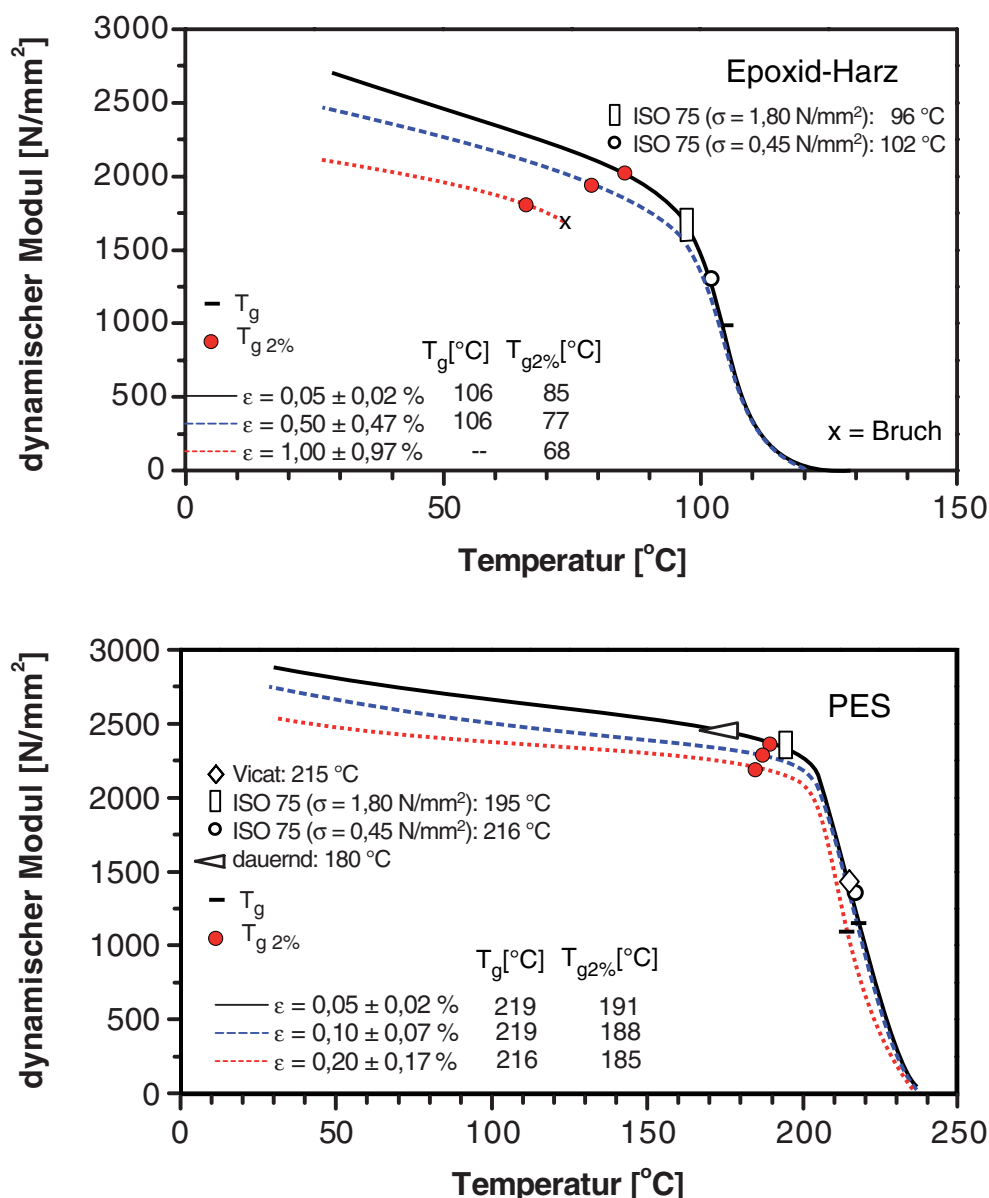
Die Verschiebung der thermischen Einsatzgrenze nach der 2%-Methode mit steigender Belastung ist auch am untersuchten Epoxidharz und dem HT-Werkstoff PES zu erkennen, Bild 4.5.



**Bild 4.4:** Abnahme thermo-mechanischer Kennwerte mit steigender Zug-Belastung im dehnungsgeregelten DMA-Versuch)

oben: PC (<sup>®</sup>Makrolon 2805)

unten: ABS (<sup>®</sup>Terluran 877T)



**Bild 4.5:** Abnahme thermo-mechanischer Kennwerte mit steigender Zug-Belastung im dehnungsgeregelten DMA-Versuch

oben: Epoxidharz ( $^{\circ}\text{L20-VE3261}$ )

unten: PES ( $^{\circ}\text{Ultrason 1010}$ )

Die 2%-Methode eignet sich somit kaum zur Festlegung thermischer Einsatzgrenzen unter kurzzeitiger dynamischer Belastung, wenn herkömmliche Niedriglast-DMA-Kurven zur Auslegung höher beanspruchter Bauteile zugrunde gelegt werden. Die Glasübergangstemperatur als Einsatzgrenze amorpher Thermoplaste ist in jedem Falle viel zu hoch und daher ungeeignet.



### 4.3 Thermische Einsatzgrenzen teilkristalliner Thermoplaste

Ähnliche Effekte sind an den teilkristallinen Werkstoffen PA66 und PBT erkennbar. Mit steigender Dehnungs-Amplitude nimmt die Steifigkeit des Werkstoffes ab und es ist insgesamt ein früherer Abfall der mechanischen Eigenschaften im Bereich der Glasübergangstemperatur zu beobachten. Der dynamische Modul zur Kennzeichnung der Steifigkeit wird vor der Glasübergangstemperatur im energieelastischen Bereich durch eine steigende Belastung stark beeinflusst, nach der Glasübergangstemperatur, wenn sich der Werkstoff im entpielelastischen Bereich befindet, jedoch kaum, Bild 4.6. Dieser Effekt kann darauf zurückgeführt werden, dass oberhalb der Glasübergangstemperatur die Dehnungen, um den linear viskoelastischen Bereich zu überschreiten, wieder deutlich zunehmen [11]. Dies wird durch die Unabhängigkeit der Kennwerte von der Belastungshöhe im Experiment indirekt bestätigt.

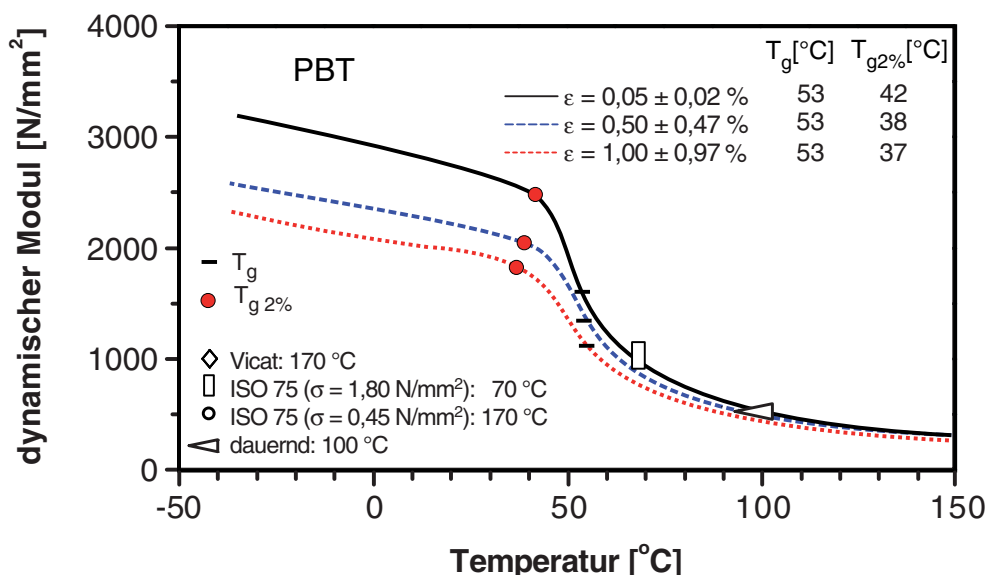


Bild 4.6: Abnahme thermo-mechanischer Kennwerte mit steigender Zug-Belastung im dehnungsgeregelten DMA-Versuch; PBT (<sup>®</sup>Pocan B1501)

Die Untersuchungen haben gezeigt, dass der Bereich der Reststeifigkeit, der für teilkristalline Kunststoffe für technische Anwendungen oft noch konstruktiv genutzt wird, von der Höhe der Dehnungsamplitude im untersuchten Bereich nicht messbar beeinflusst wird. Damit wird die Auslegung insofern sicherer, als oberhalb der Glasübergangstemperatur die dann viel niedrigeren Werte des E-Moduls zumindest praktisch nicht mehr belastungsabhängig sind.

Dies wird auch am Beispiel des untersuchten Polyamid PA66 deutlich. Zur Bestimmung des Einflusses der Verarbeitung bzw. der amorphen Anteile vor allem in den Randbereichen auf die mechanischen Eigenschaften wurden Probekörper bei 40°C und 110°C im Spritzgießprozess hergestellt.

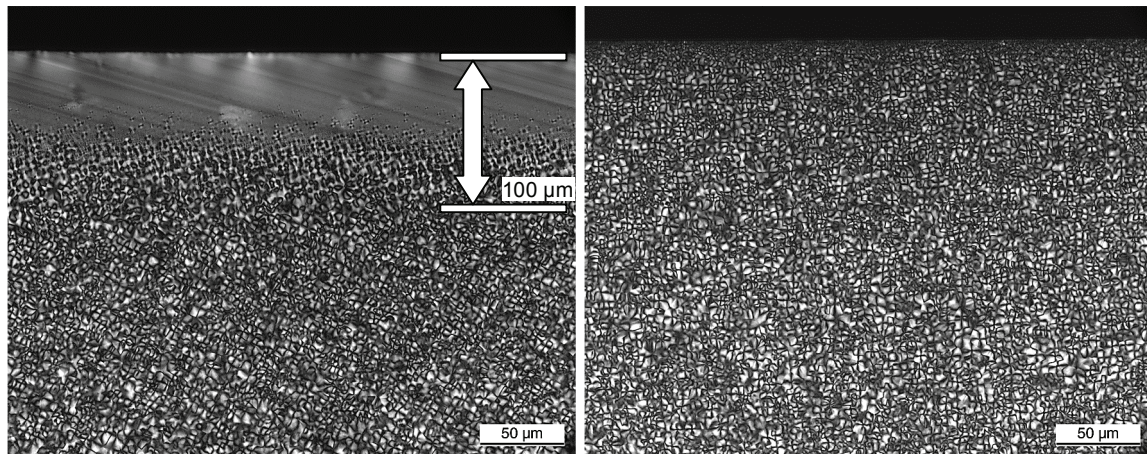


Bild 4.7: Randschichtdicke bei verschiedenen Werkzeugtemperaturen, PA66 (®Ultrad A3K), links:  $T_w = 40^\circ\text{C}$ , rechts:  $T_w = 110^\circ\text{C}$

An den Probekörpern, die bei der hohen Werkzeugtemperatur von 110°C gefertigt wurden, ist die sonst amorphe Randschicht kaum zu erkennen. Bei der niedrigen Werkzeugtemperatur von 40°C hingegen ist eine ausgeprägte Randschicht mit einer Dicke von ca. 100 µm nachweisbar, Bild 4.7.

Der Verlauf der temperaturabhängigen Steifigkeit dieser Proben bei einem niedrigen (Niveau 1) und einem hohen (Niveau 3) Belastungsniveau befindet sich in Bild 4.8.

Auch hier ist eine Unterteilung in drei Bereiche sinnvoll. Im energieelastischen **Bereich I** wirkt sich das Belastungsniveau deutlich auf den dynamischen Modul aus, die Abnahme der Werkzeugtemperatur hingegen hat nur eine vergleichsweise geringe Abnahme des Moduls zur Folge.

Im **Bereich II**, dem Bereich der Glasübergangstemperatur, bewirken sowohl die durch die niedrigere Werkzeugtemperatur verursachte Erhöhung der Randschichtdicke bzw. der amorphen Anteile als auch eine Steigerung des Belastungsniveaus einen früheren Abfall des Moduls und somit eine Verschiebung der thermischen Einsatzgrenze zu niedrigeren Temperaturen, falls die Steifigkeit bei Temperaturen unterhalb der Glasübergangstemperatur für die Konstruktion relevant ist. Dies ist besonders für Mikrobauerteile von Bedeutung, die ein großes Oberflächen-Volumen-Verhältnis und somit eine schnelle Erstarrung der Schmelze mit einem daraus resultierenden höheren Anteil an amorpher Phase aufweisen. Neben dem Beginn der Erweichung nach der 2%-Methode wird auch die Glasübergangstemperatur mit steigender Belastungshöhe und steigender Randschichtdicke zu niedrigeren Temperaturen verschoben.

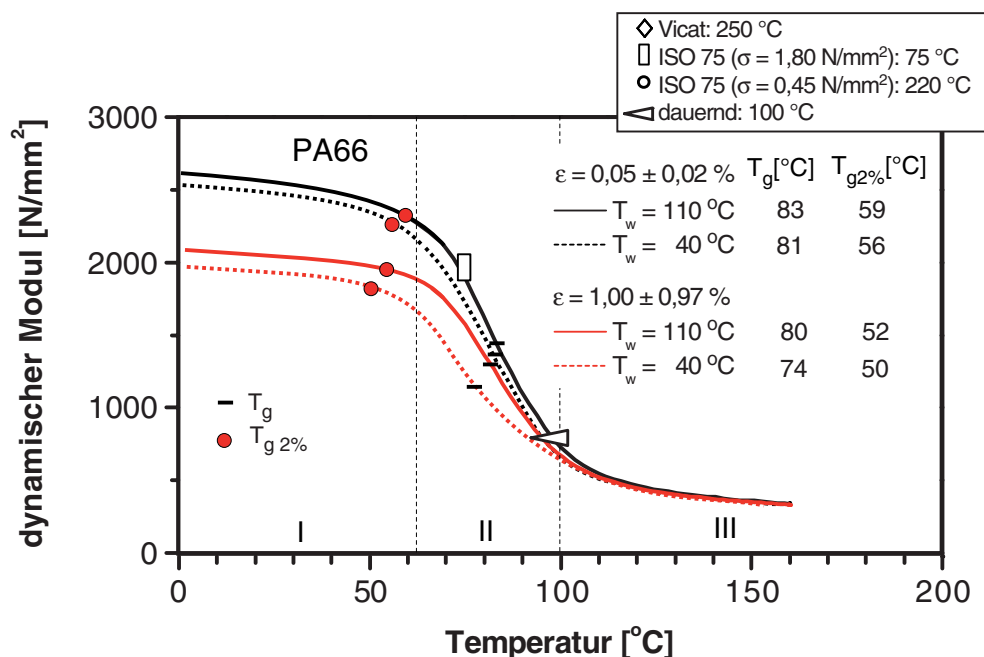


Bild 4.8: Einfluss der Werkzeugtemperatur  $T_w$  und des Belastungsniveaus auf die thermischen Einsatzgrenzen von PA66 (<sup>®</sup>Ultrad 3K), trocken

Wird der entropieelastische **Bereich III** betrachtet, findet sich auch hier kein messbarer Einfluss der Werkzeugtemperatur oder des Belastungsniveaus auf die mechanischen Eigenschaften innerhalb des Untersuchungsbereichs.

#### 4.4 Zeitabhängigkeit thermischer Einsatzgrenzen

Wie in Teil I des Aufsatzes dargestellt wurde, nimmt die Belastungsdauer neben der Lasthöhe erheblichen Einfluss auf die thermische Einsatzgrenze. Diese wurde bei einer definierten Belastungsdauer und –höhe als maximal zulässige Gesamtverformung von 2% festgelegt.

In Bild 4.9 wird der Einfluss der Glasübergangstemperatur auf die thermischen Einsatzgrenzen bei hohen Spannungen sichtbar. Im Bereich der Glasübergangstemperatur zwischen 45 bis 55 °C nimmt die Gesamtverformung spannungsabhängig stark zu, d.h. dass die zulässigen Spannungen unterhalb der Glasübergangstemperatur deutlich höher liegen können als oberhalb.

Auf Grundlage der vorgestellten statischen Untersuchungen kann in Analogie zu den betrachteten Modulverläufen aus den DMA-Messungen der Kriechmodul zur Ermittlung einer thermischen Einsatzgrenze herangezogen werden. Der Kriechmodul ist definiert als das Verhältnis von Spannung zur sich zeitabhängig einstellenden Dehnung. Diese Vorgehensweise ermöglicht es in Anlehnung an die in Bild 2.8 gezeigten räumlichen Darstellungen, neben der Spannungsab-

hängigkeit auch die Zeitabhängigkeit der thermischen Einsatzgrenzen zu beurteilen.

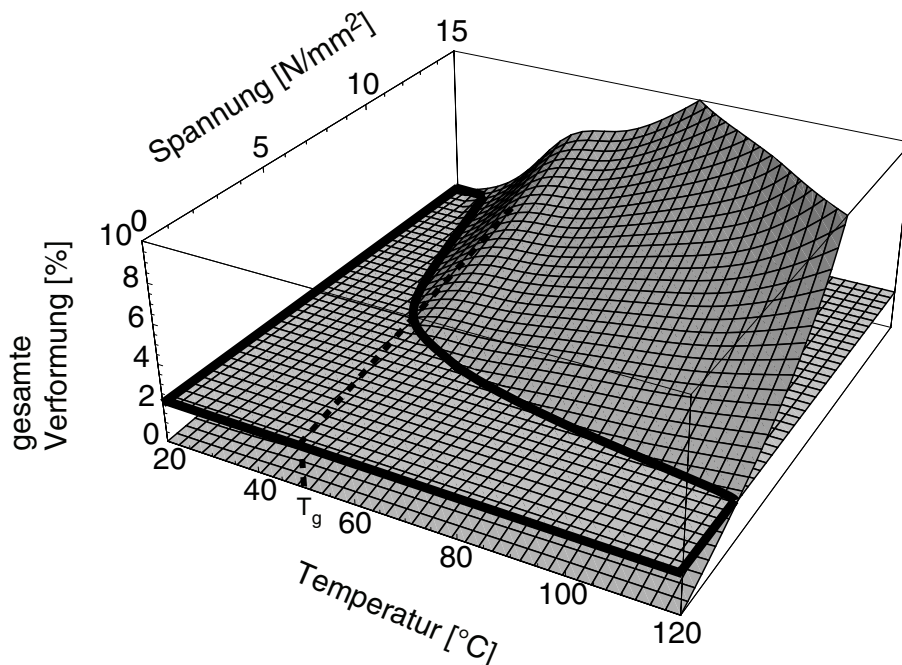


Bild 4.9: Verformung in Abhängigkeit von Spannung und Temperatur nach 5.000 h Belastungszeit, PBT, <sup>®</sup>Ultradur B4500

Der Verlauf des Moduls entlang der Temperaturachse entspricht dem gewohnten Bild aus den DMA-Messungen, Bild 4.10.

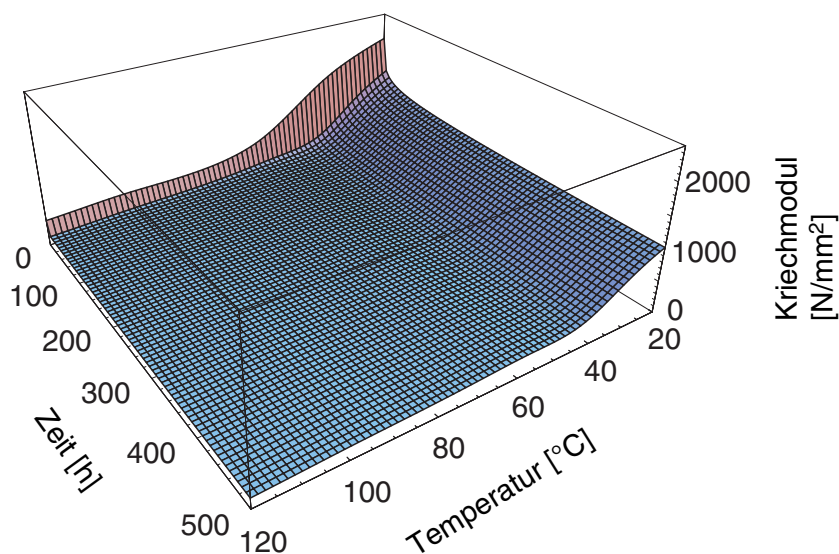


Bild 4.10: Räumliche Darstellung der zeit- und temperaturabhängigen Kriechmoduln von PBT, <sup>®</sup>Ultradur B4500,  $\sigma = 10 \text{ N/mm}^2$



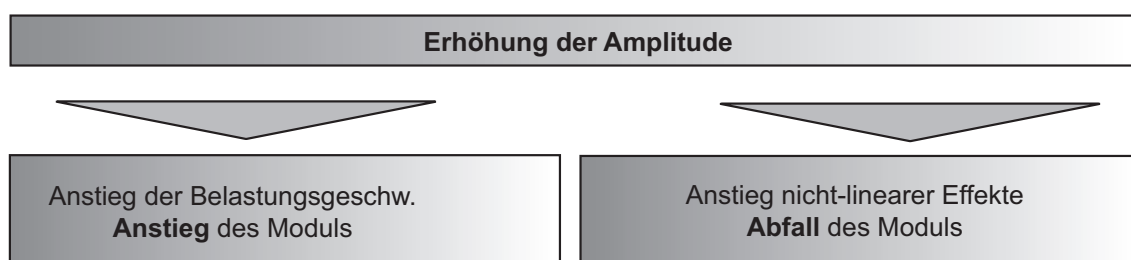
Am Verlauf entlang der Zeitachse wird bereits nach kurzen Belastungszeiten ein starker Abfall des Moduls registriert, der auf die hohe Kriechneigung des Thermoplasten vor allem zu Beginn der Belastung zurückgeführt werden kann.

Neben der Abhängigkeit der thermischen Einsatzgrenzen von der Belastungshöhe kann somit auch ein signifikanter Einfluss der Belastungszeit auf die thermischen Einsatzgrenzen festgestellt werden.

## 5 BEWERTUNG DER ERGEBNISSE

### 5.1 Beurteilung der Lastabhängigkeit des Moduls

Bei den durchgeführten Untersuchungen zur Ermittlung der Lastabhängigkeit des Moduls und somit der thermischen Einsatzgrenzen in dynamisch-mechanischen Untersuchungen treten zwei gegenläufige Effekte auf, Bild 5.1.



**Bild 5.1:** Gegenläufige Effekte auf den Verlauf des Moduls bei Erhöhung der Amplitude im dehnungsgeregelten DMA-Versuch

Zum einen bewirkt die Erhöhung der Amplitude im dehnungsgeregelten Versuch bei konstanter Frequenz auch eine Erhöhung der Belastungsgeschwindigkeit. Dies wirkt sich bei Kunststoffen durch eine Zunahme des Moduls aus, da die Zeit für molekulare Umlagerungsprozesse, um den von außen aufgetragenen Spannungszustand abzubauen, abnimmt.

Andererseits bedeutet eine Zunahme der Dehnung auch eine Erhöhung des Belastungszustandes. Nach Verlassen des elastischen bzw. linear viskoelastischen Bereichs spiegelt sich das auftretende nichtlineare Werkstoffverhalten in einer Abnahme des Moduls.

Diese Effekte werden im Folgenden detailliert untersucht. Der Einfluss der Belastungsgeschwindigkeit wird an DMA-Messungen bei verschiedenen Frequenzen und Dehnungsamplituden vorgestellt. Dabei wird die Änderung der Belastungsgeschwindigkeit durch eine Änderung der Frequenz bewirkt. Der abgedeckte Bereich von einer Dekade (1 bis 10 Hz) entspricht den in den vorangegangenen Versuchen auftretenden Änderungen der Belastungsgeschwindigkeit.

Beide der vorgestellten Belastungsniveaus zeigen bei Erhöhung der Frequenz eine nur geringe Zunahme des Moduls. Ein signifikanter Einfluss ist auf die Lage der Glasübergangstemperatur festzustellen. Die Erhöhung der Frequenz und damit der Belastungsgeschwindigkeit führt im Bereich der Glasübergangstemperatur zu einem späteren Abfall des Moduls, Bild 5.2.

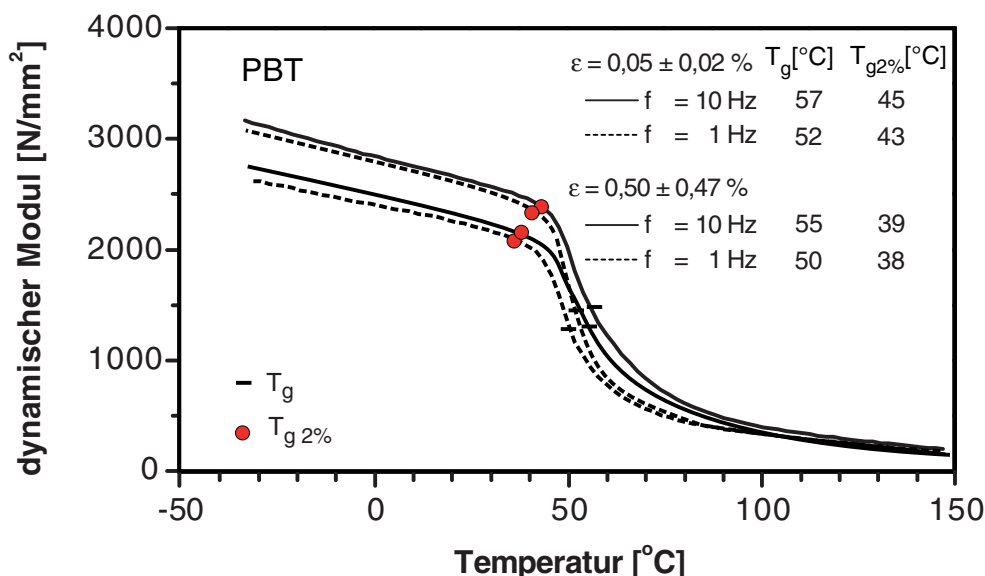


Bild 5.2: Abhängigkeit des Moduls von Belastungshöhe und –geschwindigkeit

Wie in Bild 4.6 vorgestellt wurde, weist der Modul unterhalb der Glasübergangstemperatur eine deutliche Abhängigkeit von der Lasthöhe auf, oberhalb hingegen kaum. Dieses Verhalten ist auf eine Erweiterung des linear viskoelastischen Bereichs oberhalb der Glasübergangstemperatur in Hinblick auf die auftretenden Dehnungen zurückzuführen. Bestätigt wird diese Annahme durch Relaxationsversuche an PBT bei 23 und 120 °C, Bild 5.3.

Die Relaxationsversuche bei 23 °C zeigen ebenfalls die starke Abhängigkeit des Relaxationsmoduls von der gewählten Lasthöhe. Bei 120 °C fallen die Relaxationsmoduln für die gewählten Belastungen nahezu auf eine Kurve, d.h. sie sind lastunabhängig und somit im linear viskoelastischen Bereich.

Ähnliche Abhängigkeiten können an dem amorphen Werkstoff Polycarbonat gezeigt werden. Unterhalb der Glasübergangstemperatur im energieelastischen Bereich liegt die Grenze der linearen Viskoelastizität bei vergleichsweise hohen Spannungen und geringen Deformationen.

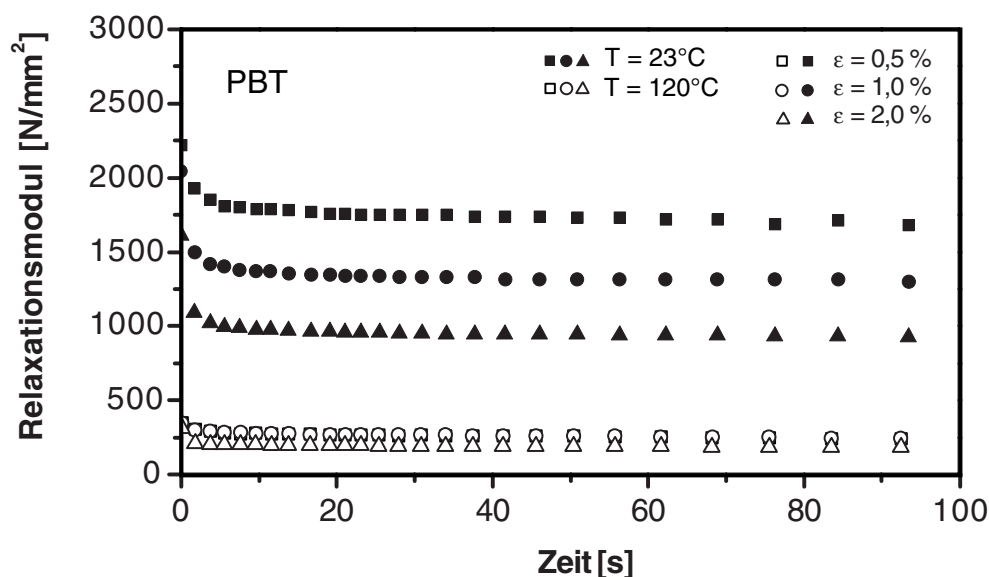


Bild 5.3: Relaxationsmodul von PBT vor und nach der Glasübergangstemperatur zur Abschätzung des linear viskoelastischen Bereichs

Wird die Glasübergangstemperatur überschritten, sinkt die zulässige Spannung stark ab bei gleichzeitig deutlichem Anstieg der zulässigen Verformungen, Bild 5.4. Die Kurven zeigen auch, dass nur ein Bruchteil des Deformationsgebietes von Kunststoffen einer Beschreibung mit Hilfe der Theorie der linearen Viskoelastizität zugänglich ist.

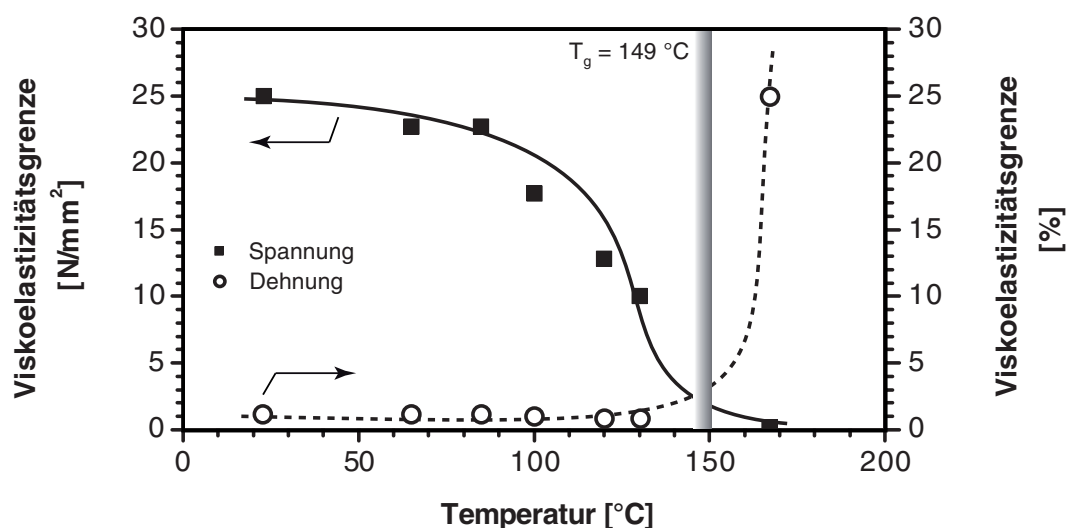


Bild 5.4: Temperaturabhängige Grenzen des linear viskoelastischen Bereichs von PC nach /11/



## 5.2 Mögliche Fehlerquellen in der Auswertung

Die vorgestellten Auswertungen an DMA-Kurven wurden an linear aufgetragenen Modulverläufen bestimmt. Die in der Literatur weit verbreitete Vorgehensweise, DMA-Kurven in logarithmischer Darstellung aufzutragen, führt bei der Anwendung der 2%-Methode und bei der Ermittlung der Glasübergangstemperatur zu abweichenden Ergebnissen, da in der logarithmischen Darstellung Bereiche mit hohen Moduln gestaucht und geringe Moduln gespreizt werden, Bild 5.5.

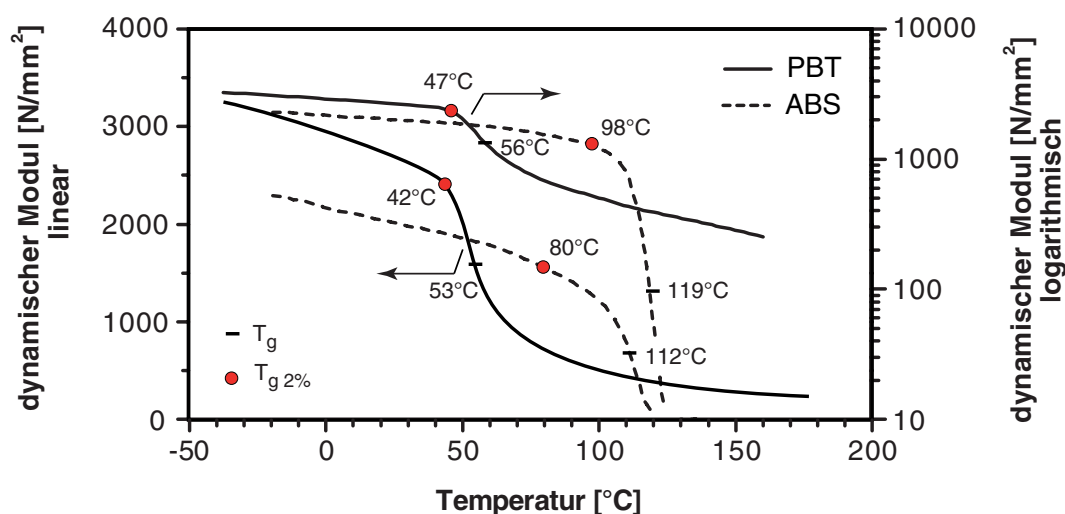


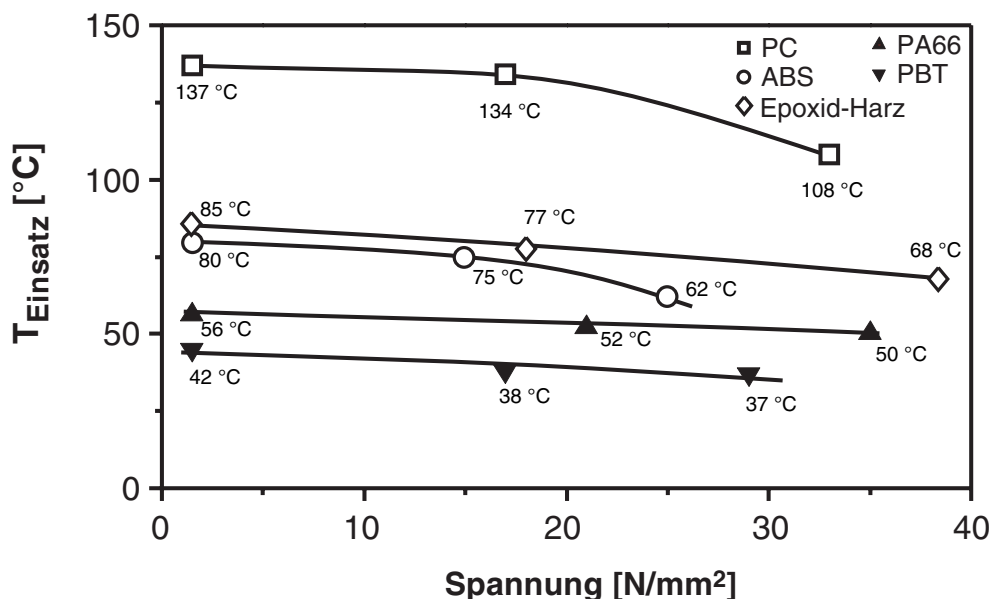
Bild 5.5: Einfluss der linearen und logarithmischen Auftragung auf die Ermittlung thermischer Einsatzgrenzen

In der logarithmischen Auftragung sind der Beginn der Erweichung und die Glasübergangstemperatur im Regelfall zu höheren Temperaturen verschoben. Aus diesem Grund muss die Auswertung in linear aufgetragenen Diagrammen erfolgen.

Besonders deutlich sind treten diese Effekte bei amorphen Kunststoffen auf, bei denen sich die Erweichung über einen weiten Temperaturbereich erstreckt.

## 5.3 Aussagekraft der 2%-Methode

Obwohl im energieelastischen Bereich unterhalb der Glasübergangstemperatur mit steigender Dehnungsamplitude die Steifigkeit der Probekörper deutlich abnimmt, ist bei teilkristallinen Werkstoffen kaum eine Verschiebung der Einsatzgrenze, die nach der 2%-Methode als Beginn des Abfalls des temperaturabhängigen Moduls definiert wird, zu erkennen. Bei den amorphen Werkstoffen Polycarbonat (PC) und Acrylnitrilbutadienstyrol (ABS) hingegen tritt mit steigender Belastung eine signifikante Verschiebung der Einsatzgrenze zu niedrigeren Temperaturen auf, Bild 5.6.



**Bild 5.6:** Einfluss der Oberspannung bei dynamisch-mechanischer Belastung auf thermische Einsatzgrenzen nach der 2%-Methode

PA66 (<sup>®</sup>Ultramid A3K,  $T_w = 40^\circ\text{C}$ , trocken), PBT (<sup>®</sup>Pocan B1501),  
PC (<sup>®</sup>Makrolon 2805), ABS (<sup>®</sup>Terluran 877T), Epoxidharz (<sup>®</sup>L20-VE3261)

Die Spannung wird dabei auf Grundlage des Moduls an der 2%-Grenze und der Oberdehnung berechnet. Diese Auswertemethode täuscht jedoch eine weitgehende Unabhängigkeit der thermischen Einsatzgrenzen teilkristalliner Werkstoffe von der vorliegenden Belastungshöhe vor, da der im Niedriglast-DMA-Versuch gemessene Modul an der 2%-Grenze bei höheren Belastungen selbst bei deutlich niedrigeren Temperaturen meist nicht mehr erreicht wird.

## 6 ZUSAMMENFASSUNG

In der Literatur sind Erfahrungswerte zu kurz- und langzeitigen thermischen Einsatzgrenzen zu finden. Bei der Festlegung von thermischen Einsatzgrenzen muss die Belastungshöhe sowohl bei statischen als auch dynamischen Belastungen berücksichtigt werden. Besonders der weit verbreitete Gebrauch des Schubmoduls aus üblichen Niedriglast-DMA-Kurven zur Bestimmung der thermischen Einsatzgrenze führt bei höheren praxisrelevanten Belastungen zu hohen Werten. Am Beispiel von Polycarbonat, Polyamid, Polybutylenterephthalat und Acrylnitrilbutadienstryrol wurde gezeigt, dass eine Zunahme der Lasthöhe zu einer deutlichen Verschiebung der thermischen Einsatzgrenzen zu niedrigeren Temperaturen führt.

Die Glasübergangstemperatur teilkristalliner Werkstoffe nimmt mit zunehmender Lasthöhe nur geringfügig ab. Eine Änderung der Lasthöhe wirkt sich dabei im energieelastischen Bereich besonders stark aus, oberhalb der Glasübergangstemperatur im entropieelastischen Bereich hingegen ist kein Einfluss der Lasthöhe auf mechanische Eigenschaften innerhalb des untersuchten Bereiches messbar. Dies ist auf den deutlich erweiterten Bereich der linearen Viskoelastizität oberhalb der Glasübergangstemperatur zurückzuführen. Der konstruktiv oft genutzte Bereich oberhalb der Glasübergangstemperatur teilkristalliner Thermoplaste wird somit durch die Höhe der Dehnungsamplitude kaum beeinflusst.

## 7 DANK

Die Autoren bedanken sich für die finanzielle Unterstützung durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG).

## 8 LITERATUR

- /1/ Erhard, G.                   Konstruieren mit Kunststoffen, 3. Auflage  
Carl Hanser Verlag, München, 2004
- /2/ Roskothen, H. J.           Untersuchungen zur Dimensionierung von Bauteilen  
aus Kunststoffen  
Dissertation, IKV, RWTH Aachen, 1974
- /3/ Ehrenstein, G. W.         Mit Kunststoffen konstruieren, 2. Auflage  
Carl Hanser Verlag, München, 2002
- /4/ Lazan, B.                  Damping of Materials and Members in Structural  
Mechanics  
Pergamon Press, Oxford, 1968
- /5/ Oberbach, K.             Kunststoff-Taschenbuch, 29. Auflage  
Baur, E.                     Carl Hanser Verlag, München, 2004  
Brinkmann, S.  
Schmachtenberg, E.
- /6/ Schmiedel, H.           Kunststoffprüfung  
Carl Hanser Verlag, München, 1989
- /7/ Oberbach, K.           Schwingfestigkeit von Thermoplasten –  
ein Bemessungskennwert?  
Kunststoffe 77 ( 1987) 4, S. 409 – 414

- /8/ N. N. Faserverstärkte Kunststoffe- Bestimmung des Glasübergangs von Faserverbundwerkstoffen unter dynamischer Belastung, DIN 65583, 1999
- /9/ Retting, W. Mechanik der Kunststoffe  
Carl Hanser Verlag, München, 1992
- /10/ Zilch, K. Die Röslautalbrücke bei Schirnding –  
Zehetmaier, G. Innovative Verfahren zur Verstärkung einer  
Spannbetonbrücke  
Bauingenieur 79 (2004), S. 589 – 595
- /11/ Schwarzl, F. Polymermechanik – Struktur und mechanisches  
Verhalten von Polymeren  
Springer Verlag, Berlin, 1990

**Stichworte:**

Thermische Einsatzgrenze, Dynamisch-mechanische Analyse, 2%-Methode, Hysteresis-Messverfahren

**Kontakt:**

Autoren:	Claus Dallner, M.Sc. Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. G. W. Ehrenstein
Herausgeber:	Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. G.W. Ehrenstein Prof. Dr. T. Osswald
Erscheinungsdatum:	Juli 2006