

Charakterisierung von Spröd/Zäh-Übergängen in PP-Compounds mittels instrumentierter Schlagbiege- und Durchstoßversuche

Masterarbeit

von

Dieter Huber

erstellt bei

BOREALIS Polyolefine GmbH (Linz, A)

eingereicht am

**Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe
an der Montanuniversität Leoben (A)**



Betreuung: Dr. Sybille Frank
Dipl.-Ing. Dr.mont. Zoltan Major

Betreuung/Begutachtung: O.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Reinhold W. Lang

Leoben, 12.06.2009

Danksagung

Dem Vorstand des Institutes für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe an der Montanuniversität Leoben, O.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Reinhold W. Lang, danke ich für die Ermöglichung und Begutachtung sowie die kritische Durchsicht und Diskussion und zahlreiche wertvolle Hinweise bei der Fertigstellung dieser Masterarbeit.

Ein besonderer Dank gilt meinen Betreuern dieser Arbeit, Frau Dr. Sybille Frank, „Research Engineer Material & Application Technology“ in der Borealis Polyolefine GmbH in Linz und Herrn Dipl.-Ing. Dr.mont. Zoltan Major, Professor am Institut für „Polymer Product Engineering“ an der JKU Linz, für Ihre hervorragende Betreuung und Unterstützung bei der Erstellung dieser Masterarbeit. Weiterer Dank gebührt auch Herrn Franz Mitter, der mir bei den Materialprüfungen stets mit Rat und Tat zur Seite stand und somit eine rasche Durchführung ermöglichte.

Den übrigen Mitarbeitern der Abteilung „Material & Application Technology“ der Firma Borealis Polyolefine GmbH danke ich für ihre große Hilfe und Unterstützung sowie für das äußerst positive Arbeitsklima.

Nicht zuletzt möchte ich meinen Eltern für die moralische und finanzielle Unterstützung und die Ermöglichung meines Studiums an der Montanuniversität Leoben recht herzlich danken.

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Leoben, 12.06.2009

Dieter Huber

Kurzfassung

Zur Charakterisierung des Impact-Verhaltens von Kunststoffen werden in der Regel genormte Schlag- und Kerbschlagzähigkeitsversuche nach ISO 179 (Charpy-Schlagbiegeversuch) sowie Durchstoßversuche nach ISO 6603 eingesetzt. Neben der quantitativen Bestimmung der ungekerbten und gekerbten Schlagzähigkeits- und Durchstoßwerte ist die Temperaturlage des Spröd/Zäh-Überganges von besonderem Interesse. Im Rahmen der vorliegenden Masterarbeit wurden derartige Untersuchungen in instrumentierter Form mit drei unterschiedlichen Polypropylen (PP)-Typen durchgeführt, wobei spezifische Einflüsse der Prüfdurchführung, der Messdatenaufnahme und Datenreduktion ebenfalls analysiert wurden. Zusätzlich zu den ungekerbten und gekerbten Charpy-Prüfungen und ungekerbten Durchstoßprüfungen wurden Versuche an gekerbten Durchstoßplatten untersucht, um auch für den Fall der Durchstoßprüfung mögliche Kerbeeinflüsse auf die Spröd/Zäh-Übergangstemperatur zu erfassen und die Ergebnisse dieser Versuche und der Schlagbiegeversuche vergleichend gegenüber zu stellen. Dazu wurden Durchstoßplatten mit einer geraden Kerbe sowie mit einer kreisförmigen Kerbe versehen.

Die Charakterisierung des Spröd/Zäh-Überganges erfolgte einerseits durch quantitative Auswertung der Parameter Energie und Verformung sowie durch qualitative Bewertung der Messkurven und Bruchbilder nach den relevanten ISO-Normen. Für die Charpy-Versuche ergab sich für alle drei untersuchten PP-Typen bezüglich des Spröd/Zäh-Übergangstemperaturbereiches das erwartete Bild einer Verschiebung dieses Temperaturbereiches durch Kerben in Richtung höherer Temperaturen. Für die ungekerbten und gekerbten Durchstoßversuche war die Tendenz der Verschiebung grundsätzlich zwar vorhanden, allerdings nicht immer in der gleichen Weise ausgeprägt. So zeigten Durchstoßproben je nach Kerbart teilweise in Richtung höherer Temperaturen verschobene Spröd/Zäh-Übergänge und im gekerbten Versuch teilweise nahezu keine derartigen Übergänge. Im Fall kreisförmiger Kerben waren die Durchstoßwerte ungekerbter und gekerbter Prüfkörper oberhalb des Spröd/Zäh-Überganges zumindest bei zwei PP-Typen dann wieder nahezu ident. In der vergleichenden Gegenüberstellung der Kerbeeinflüsse auf die Spröd/Zäh-Übergänge bei Schlagbiege- und Durchstoßversuchen konnten keine eindeutigen Korrelationen gefunden werden.

Abstract

The characterization of the impact behavior of plastics is normally carried out by Charpy tests according to ISO 179 or by puncture tests according to ISO 6603. In addition to the quantitative determination of unnotched and notched impact strength and puncture energy, the position of the brittle/ductile transition on the temperature scale is of particular interest. For this Master Thesis, three different types of polypropylene were used for the aforementioned tests which were operated exclusively as instrumented tests. The aim of these tests was to identify the influence of the test procedure, data acquisition and data reduction method. For the Charpy impact tests as well as for the puncture tests unnotched and notched specimens were used to assess and compare the effect of notching on the brittle/ductile transition temperature in both test types. For the notched puncture test, specimens with linear or circular notches were used.

In addition to the quantitative analysis of the parameters energy and deflection, the qualitative evaluation of the measured curves and the specimen failure modes according to ISO standards was used for the characterization of the brittle/ductile transition. As expected, the notched Charpy test specimens generally exhibited higher transition temperatures than the unnotched ones. The same trend was found for the notched and unnotched puncture tests, but the effect was less pronounced. Moreover, the shift of the transition temperature of notched specimens turned out to depend on the notch design, while some notched specimens did not show any transition at all. For test specimens with a circular notch, the puncture energies above the brittle/ductile transitions were similar for two PP types, irrespective of being notched or not. When comparing the notch influence on the brittle/ductile transition determined by Charpy and puncture tests no definite correlations could be found.

Inhaltsverzeichnis

Danksagung und Eidesstattliche Erklärung	I
Kurzfassung.....	II
Abstract	III
Inhaltsverzeichnis	IV
1 Einleitung	1
2 Grundlagen	3
2.1 Der Werkstoff Polypropylen.....	3
2.1.1 Morphologie	3
2.1.2 Kristalliner Zustand	6
2.1.3 Polymorphismus von PP	7
2.2 Charakterisierung von Spröd/Zäh-Übergängen in Kunststoffen.....	9
2.2.1 Charakterisierung der Zähigkeit	9
2.2.2 Beschreibung des Spröd/Zäh-Übergangs	10
2.3 Deformationsmechanismen und Spröd/Zäh-Übergänge in	
PP-Werkstoffen	11
2.3.1 Deformationsmechanismen von Polypropylen	11
2.3.2 Einfluss auf die Übergangstemperatur und Versagensmechanismus	
am Beispiel der Elastomermodifizierung	14
2.3.3 Einflüsse von anorganischen Füllstoffen und der Kristallinität.....	16
3 Experimentelles.....	18
3.1 Verwendete Materialien.....	18
3.2 Probekörperherstellung	20
3.2.1 Charpy-Prüfkörper.....	20
3.2.2 Durchstoß-Prüfkörper.....	21
3.3 Prüfmethoden und Auswertung	22
3.3.1 Schlagbiegeprüfung	22
3.3.2 Durchstoßprüfung	28

3.4	Charakterisierung der Spröd/Zäh-Übergänge	33
3.4.1	Temperaturabhängigkeit der Schlagzähigkeit bzw. Durchstoßenergie	33
3.4.2	Temperaturabhängigkeit der Verformungen	34
3.4.3	Temperaturabhängigkeit der Energie und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum	35
3.4.4	Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus den Auswertungen der Bruchbilder und Messkurven.....	37
3.5	Versuchsprogramm	39
3.5.1	Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur	39
3.5.2	Bestimmung von Abhängigkeiten und Einflussfaktoren	40
4	Ergebnisse und Diskussion	44
4.1	Spezielle prüf- und auswertemethodische Abhängigkeiten und Einflussfaktoren.....	44
4.1.1	Instrumentierter Charpy-Versuch	44
4.1.2	Instrumentierter Durchstoßversuch	50
4.2	Vergleichende Gesamtgegenüberstellung der Ergebnisse	54
4.2.1	Auswertung nach Gesamtenergie	54
4.2.2	Auswertung nach Gesamtverformung.....	67
4.2.3	Auswertung nach Energie und Verformung nach dem Kraftmaximum	77
4.2.4	Kerbeinflüsse beim Schlagbiege- und Durchstoßversuch.....	89
4.3	Quantitative vs. qualitative Charakterisierung des Spröd/Zäh-Übergangsbereiches nach ISO-Normen	92
4.3.1	Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs durch Auswertung der Übergangsbreite.....	93
5	Zusammenfassung und Schlussfolgerungen	102
6	Literatur.....	104

1 Einleitung

Kunststoffe sind in ihrem Gebrauch vielfältigen mechanischen Belastungen ausgesetzt und werden deswegen den Anforderungen entsprechend nach werkstoffspezifischen Kriterien ausgewählt, dessen Parameter in der Werkstoffprüfung in verschiedene Methoden generiert werden. Zur Charakterisierung des Impact-Verhaltens von Kunststoffen werden in der Regel genormte Schlag- und Kerbschlagzähigkeitsversuche nach ISO 179 (Charpy-Schlagbiegeversuch) sowie Durchstoßversuche nach ISO 6603 eingesetzt. Die Analyse des Spröd/Zäh-Übergangs basiert auf dem Charakteristikum einer temperaturabhängigen Zähigkeit. Diese Übergangstemperatur beschreibt somit einen bislang frei definierten Temperaturpunkt, an dem die Zähigkeit und somit die Versagensart sich nach bestimmten Kriterien ändert.

Die Bestimmung einer Spröd/Zäh-Übergangstemperatur erfolgt in der Literatur mithilfe verschiedener Methoden. Einerseits werden zur Bestimmung der Übergangstemperaturen Auswertungen der Energien [1-3] oder der plastischen Deformationen [4] angewendet. Andererseits wird beim Schlagbiegeversuch durch Untersuchungen der Bruchflächen der Beginn von duktilen Brüchen als weiteres Kriterium für die Bestimmung der Übergangstemperatur verwendet [5].

Die gegenständliche Arbeit versteht sich als ein Baustein zur Einführung in das komplexe Themengebiet der Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs, da bis dato trotz grundlegender Recherche keine allgemeingültigen Bestimmungen für die Ermittlung dieser Übergangstemperatur von Kunststoffen in der Literatur zu finden waren. Neben den Versagensmechanismen und den verschiedenen Methoden werden auch grundlegende Zusammenhänge und Korrelationen anhand der Messergebnisse aufgegriffen und diskutiert. Bei der Anwendung dieser Prüfmethode ergeben sich auf Basis der bekannten Vorgaben folgende Fragestellungen:

- Ermöglicht die Spröd/Zäh-Übergangstemperatur als spezifische Eigenheit eine bessere Werkstoffcharakterisierung?
- Eignen sich qualitative Auswertemethoden im Vergleich zur quantitativen Messkurvenanalyse besser für die Bestimmung einer Spröd/Zäh-Übergangstemperatur?

- Inwieweit beeinflussen Kerben und somit eine Schädigung bei den verwendeten Prüfmethode die Übergangstemperatur?

Basierend auf diesen Fragestellungen und unter Berücksichtigung einer Vielzahl an Methoden zur Übergangsbestimmung wurden anhand von 3 unterschiedlichen PP-Typen in instrumentierten Charpy- und Durchstoßversuche sämtliche Parameter aufgezeichnet und mit ausgewählten Methoden die Übergangstemperatur bestimmt. Die verwendeten Werkstoffe beinhalteten neben einem β -nukleierten Homopolymertyp auch je einen talkum- und elastomermodifizierten PP-Typ. Zusätzlich zu den ungekerbten und gekerbten Charpy-Prüfungen und ungekerbten Durchstoßprüfungen wurden Versuche an gekerbten Durchstoßplatten untersucht, um auch für den Fall der Durchstoßprüfung mögliche Kerbeeinflüsse auf die Spröd/Zäh-Übergangstemperatur zu erfassen und die Ergebnisse dieser Versuche und der Schlagbiegeversuche vergleichend gegenüber zu stellen. Dazu wurden Durchstoßplatten mit einer geraden Kerbe sowie mit einer kreisförmigen Kerbe versehen.

Die Charakterisierung des Spröd/Zäh-Überganges erfolgte einerseits quantitativ in verschiedenen Auswertemethoden durch die Parameter Energie und Verformung, andererseits wurden qualitativ die Messkurven und Bruchbilder nach den relevanten ISO-Normen bewertet. Diese Aspekte wurden in der vorliegenden Arbeit durch Versuche von ungekerbten und gekerbten Schlagbiege- und Durchstoßprüfungen analysiert und auf mögliche Korrelationen hin untersucht. Neben der Bestimmung der Übergangstemperaturen und Übergangsbereiche wurden auch spezielle prüf- und auswertemethodische Abhängigkeiten und Einflussfaktoren bei Schlagbiege- und Durchstoßversuchen analysiert.

2 Grundlagen

Dieser Abschnitt dient rein dem Grundverständnis und Erklärung des weiteren Inhaltes der vorliegenden Arbeit, indem relevante werkstoff- und ergebnisbezogene Elemente dargestellt werden. Im ersten Teil wird kurz der Werkstoff Polypropylen beschrieben. Desweiteren werden Einflüsse auf die Zähigkeit sowie Charakteristika des Spröd/Zäh-Übergangs diskutiert. Im letzten Teil werden die auftretenden Versagensformen angeführt und in detaillierter Ausführung am Beispiel einer Elastomermodifizierung erklärt. Ziel dieses Kapitel ist auch die Einführung in das komplexe Themengebiet der Spröd/Zäh-Übergangsforschung, da bis dato trotz grundlegender Recherche keine allgemeingültigen Bestimmungen für die Ermittlung dieser Übergangstemperatur von Kunststoffen publiziert wurden.

2.1 Der Werkstoff Polypropylen

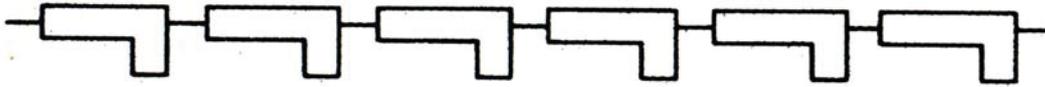
Polypropylen, ein Kunststoff der Polyolefinfamilie, ist aufgrund der guten Eigenschaften, günstigen Herstellung und einfachen Verarbeitbarkeit einer der meistverwendeten Massenkunststoffe. Dieser teilkristalline Thermoplast wird durch Polymerisation von Propylen ($\text{H}_3\text{C}-\text{CH}=\text{CH}_2$) gewonnen. Im Vergleich zu Polyethylen weist dieser Kunststoff eine höhere Festigkeit und Steifigkeit bei geringerer Dichte auf [6]. Weitere Charakteristika bezüglich Herstellung und Struktur, die in diesem Kapitel nicht bzw. nur angeführt werden, sind in [7] und [8] detailliert beschrieben.

2.1.1 Morphologie

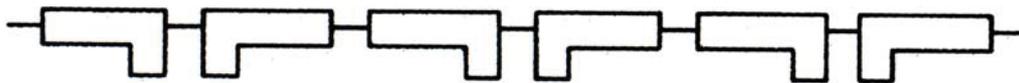
Aufgrund des asymmetrischen Aufbaus des Monomers ergeben sich bei der Polymerisation von Polypropylen unterschiedliche räumliche Anordnungen (Konfiguration) und dadurch variierende Eigenschaften. Daher muss bei Betrachtung der Primärstruktur zwischen regiospezifischer und stereospezifischer Anordnung der Monomere im entstandenen Polymer unterschieden werden [6, 9-11].

Bei der regiospezifischen Anordnung ist die Lage der Methylgruppe aufgrund der Einbindung des Monomers in der Kette vorgegeben. Dies führt nun zu drei grundsätzlichen Möglichkeiten des Einbaus, die sich nicht durch Drehung oder Spiegelung ineinander überführen lassen [10].

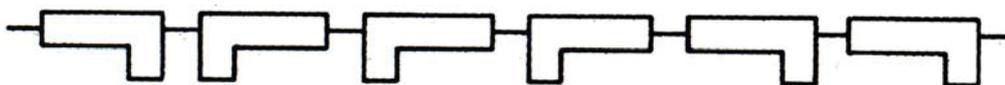
(a) Kopf-Schwanz-Polymerisation:



(b) Kopf-Kopf-Polymerisation:



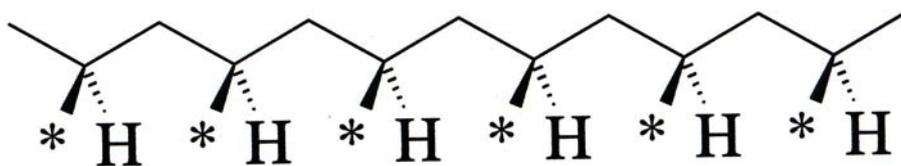
(c) gemischte Polymerisation:



Die Reaktionsmechanismen bei der Polymerisation erlauben aber zum Teil nur eine definierte Art der Anlagerung und deswegen ist die bevorzugte Anordnung von Polypropylen die Kopf-Schwanz-Kopf-Schwanz-Anordnung [10].

Die stereospezifische Anordnung beschreibt die verschiedenartige Möglichkeit der Anordnung dieser CH_3 -Gruppe (Methylgruppe) in der Polymerkette. Diese Lageanordnung wird auch als Taktizität bezeichnet und hat großen Einfluss auf die Kristallinität. Je Regelmäßiger der Aufbau von Polymerketten ist, umso höher ist somit auch die Kristallinität [1, 6, 9-11].

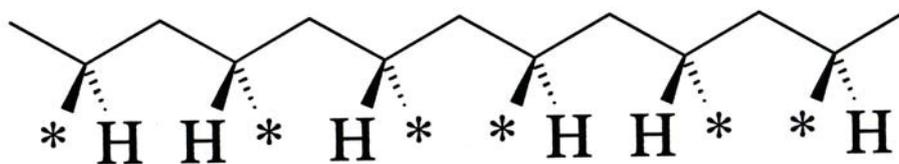
(a) isotaktisch (iPP): alle CH_3 -Gruppen zeigen regelmäßig in die gleiche Richtung (regelmäßig einseitig)



- (b) syndiotaktisch (sPP): die CH₃-Gruppen liegen regelmäßig abwechselnd auf beiden Seiten der Polymerkette (regelmäßig wechselseitig)



- (c) ataktisch (aPP): die CH₃-Gruppen liegen statistisch verteilt auf beiden Seiten der Polymerkette (regellos)



Für die Bildung von kristallinen Strukturen sind regelmäßige Anordnungen der PP-Ketten notwendig. Neben einer gleichen Anordnung der Monomere hat auch die Taktizität großen Einfluss auf das Kristallisationsvermögen. Je regelmäßiger die Anordnung innerhalb oder von Segmenten einer Kette ist, umso leichter ergeben sich Möglichkeiten, dichtgepackt sich anzulagern und somit kristalline Strukturen auszubilden [9, 11]. Bei PP hat die isotaktische Anordnung bei einem Kristallinitätsgrad von ungefähr 40-70% die größte Bedeutung und verdankt die guten mechanischen Eigenschaften dieser besonderen Struktur. Eine höhere Kristallinität bewirkt neben höheren Steifigkeiten auch bessere Zähigkeitswerte bei geringer werdenden Dehnungen. Der isotaktische Anteil der Polymerkette wird im „Isotaxie Index“ angegeben und liegt bei iPP bei über 95% [1, 10-11]. Die Art der Herstellung und Polymerisation von PP hat dabei großen Einfluss auf die Taktizität und somit auf die Kristallisation.

Weitere eigenschaftsbestimmende Faktoren der Morphologie lassen sich aus den strukturellen und den verarbeitungsspezifischen Beschaffenheiten ableiten. Zu den strukturellen Eigenschaften zählen neben der Molmasse und deren Polydispersität auch noch weitere Elemente wie Copolymere und Blends sowie deren Kettenaufbau und die Modifizierung mit Nukleierungsmitteln [11]. Zu den verarbeitungsspezifischen Eigenschaften gehören neben den Aufschmelz- und Verarbeitungsbedingungen auch Orientierungseinflüsse.

2.1.2 Kristalliner Zustand

Unter Kristallisation eines Polymers versteht man die beim Abkühlen einer Schmelze oder später einhergehende Ausrichtung und Orientierung von Polymerketten zu regelmäßigen Strukturen. Dieser Vorgang ist rein energetisch bedingt: niedrige freie Enthalpiewerte stabilisieren den Aufbau. Thermodynamisch erklären lässt sich dieser Vorgang als Änderung der freien Enthalpie ΔG [6, 9]:

$$\Delta G = \Delta H - T \cdot \Delta S \quad (2.1)$$

Diese Gleichung beschreibt die Änderung jener freien Enthalpie durch diese Zustandsänderung, welche aus der Differenz zwischen Änderung der Enthalpie des Systems ΔH und der Entropie ΔS hervorgerufen wurde [9].

Die Enthalpie ΔH setzt sich aus folgenden Faktoren zusammen:

$$\Delta H = \Delta U + p \cdot \Delta V \quad (2.2)$$

Die Einzelanteile an ΔH spiegeln die Verhältnisse im System wieder:

- Innere Energie U : beinhaltet einen innermolekularen Anteil (E_{POT}) – (Konstitution), einen intermolekularen Anteil (Wechselwirkungen bei Parallellagerung) – (Konfiguration) und einen kinetischen Anteil (Schwingungsenergie)
- Volumenarbeit $p \cdot \Delta V$: beinhaltet die Volumenänderung aufgrund von thermischen Schwingung und Hohlräumen aufgrund der Lage der Moleküle (geringer Anteil)

Je regelmäßiger der Aufbau und die Strukturen der Makromoleküle sind, umso geringer ist auch der Beitrag an ΔH . Da in kristallinen Bereichen nun die freie Enthalpie geringer ist als in den amorphen, unausgerichteten Bereichen, wird dieser Zustand angestrebt. Dies wird durch den Gleichgewichtszustand der an- und abstoßenden Bindungskräfte bei parallel gelagerten Ketten hervorgerufen, da darin die Werte der Inneren Energie ein Minimum aufweisen. Somit sind diese Kettenmoleküle in Form von gestreckten oder schraubenförmigen, regelmäßigen Anordnungen vorzufinden [9].

Die Änderung der Entropie ΔS gibt den möglichen Grad der Kristallisation (Wahrscheinlichkeit) an, da diese bei zunehmender Ordnung sinkt. Das bedeutet, dass in

Kristallen gebundene Molekülketten kleinere Entropiewerte aufweisen als frei gelagerte Ketten [9].

Entscheidend für die Bildung von Kristallen ist die molekulare Anordnung, da nur regelmäßig aufgebaute oder wenig verzweigte Polymere sich regelmäßig anordnen können. Aufgrund des kettenförmigen Aufbaus (Makromoleküle) ist ein vollständiges Kristallisieren unter normalen Bedingungen aber nicht möglich, da durch Unregelmäßigkeiten im Aufbau, freie Kettenenden und anderen „Fehlstellen“ eine regelmäßige Anordnung (Parallellagerung) verhindert wird [6, 9, 11].

Diese energetische Betrachtungsweise der Kristallisation in Polymeren erklärt nun das Zustandekommen dieser kristallinen Bereiche. Das Verständnis von Aufbau und dieser thermodynamische Betrachtungsweise des Systems ermöglichen weitere Erklärungen über das Auftreten von besonderen kristallinen Strukturen (Polymorphismus), wie sie bei Polypropylen vorkommt. Dafür ist aber eine detailliertere Aufschlüsselung in morphologischen Maßstäben notwendig [6, 10-11]:

- Makroskopisch Größenordnung: Formteil
- Sphärolithische Größenordnung: kristalline Überstruktur aus Lamellen (bestehend aus mehreren Faltungsblöcken/Kristalliten)
- Lamellare Größenordnung: parallele regelmäßige Anordnung (Kristallit)
- kristallografische Größenordnung: Kristallelementarzelle (Molekülebene)

Beginnend mit einem Kristallkeim, an dem sich Teile von Polymerketten anlagern, startet somit die Kristallisation und bildet lamellenförmige Mizellen, deren Grenzfläche einen Sphärolithen ausformt [6, 9-10].

2.1.3 Polymorphismus von PP

Polymorphismus (auch Polymorphie) ist das Auftreten einer Substanz in mehreren, unterschiedlichen Kristallformen. Bei Polypropylen ist diese Eigenschaft nur bei der isotaktischen Form zu beobachten. Grundsätzlich bestehen alle PP-Kristallformen aus einer 3_1 -Helix gleicher Ganghöhe. Die unterschiedlichen Kristallformen bilden sich durch verschiedene Symmetrien der Einheitszellen, unterschiedliche Anordnungen der Einzelketten und auftretende strukturellen Fehlstellungen [7-8, 11]. Insgesamt werden drei wesentliche Kristallformen unterschieden. Im Folgenden sind diese und ihre wesentlichen Eigenschaften kurz dargestellt.

α -Form des iPP

Die α -Form ist die am häufigsten auftretende und kommerziell bedeutendste Kristallstruktur von iPP. Sie wurde von Natta und Corradini zum ersten Mal beschrieben [8, 11]. Diese Modifikation weist eine helicale Konformation von iPP-Ketten in einer monoklinen Einheitszelle auf, wobei die Anordnung der Helices sterische Konflikte zwischen den Methyl-Methyl-Gruppen verhindert. Die Anordnung der einzelnen Helices in der Einheitszelle ist so, dass die Interaktionen nur zu den Spiegelbildern der einzelnen auftreten. Des Weiteren können je nach Raumgruppe zwei unterschiedliche Formen von der α -Phase unterschieden werden. Die Anordnung der Helices ist in beiden Formen die gleiche, jedoch unterscheiden sie sich in der Methylgruppen-Anordnung. In der stabileren α_1 -Form ist diese perfekt geordnet, während die Anordnung in der α_2 -Phase zufällig ist. Der Übergang von einer Form in die andere kann z.B. durch thermische Behandlung erfolgen. Eine Unterscheidung beider ist durch spektroskopische Methoden möglich.

Auf lamellarer Betrachtungsebene weist iPP eine besondere Form auf, die als cross-hatching bezeichnet wird. Die PP-Ketten kristallisieren als gefaltete Lamellen aus der Schmelze und organisieren sich in dieser speziellen cross-hatched Anordnung.

(b) β -Form des iPP

Unter bestimmten Bedingungen wie Wärmezufuhr und auferlegte Dehnungen hat die β -Kristallstruktur metastabile Eigenschaften gegenüber der α -Form [8, 11]. Ebenfalls sind höhere Kristallisationsgeschwindigkeiten zu beobachten (um bis zu 70%).

Die Struktur von β -PP ist durch Anordnung von drei isochiralen Helices in einer triklinen Einheitszelle gekennzeichnet. Durch die spezielle Anlagerung der Helices kommt es zu einer von α -PP unterschiedlichen lamellaren Anordnung. Dieser spezielle Aufbau erklärt die einzigartige Struktur dieses kristallinen PP, welche als parallel gestapelte, radial gerichtete Lamellen beobachtet werden [11]. Die Ausformung der Lamellenstruktur in Schmetterlingsform ermöglicht ein leichteres Abgleiten der Molekülketten untereinander. Als Folge davon ist in den mechanischen Eigenschaften eine deutliche Zähigkeitssteigerung zu beobachten. Bei der sphärolitischen Struktur wird zwischen zwei verschiedenen Typen unterschieden, welche sich ebenfalls durch verschiedene Brechungswinkel differenzieren. Dieser Kristalltyp von PP kann durch Zugabe von Additiven oder speziellen Nukleierungsmitteln induziert werden.

γ -Form des iPP

Diese γ -Kristallitform des isotaktischen PPs ist relativ ungewöhnlich und selten anzutreffen [8, 11]. In kommerziell verwendeten isotaktischen PP ist dieser Kristalltyp kaum vorhanden. Die Struktur besteht aus Schichten einzelner Ketten, die sich überkreuzt in einem Winkel von ca. 80° anlagern. Die Klassifikation dieses Kristalltypes und der Morphologie erfolgt ebenso über Brechungsbestimmungen.

2.2 Charakterisierung von Spröd/Zäh-Übergängen in Kunststoffen

Dieses Kapitel beschreibt allgemein die Charakterisierung von Kunststoffen durch Ermittlung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur. Zunächst wird der Begriff Zähigkeit in Bezug auf die verwendeten Prüfmethode beschrieben. Weiters wird ein Versuch zur Definition des Spröd/Zäh-Überganges gemacht, um die verwendeten Auswertemethoden im nachfolgenden Kapitel 3 zu verstehen.

2.2.1 Charakterisierung der Zähigkeit

Die Zähigkeit eines Werkstoffes ist das Vermögen zur plastischen Formänderung bis zum Bruch. Es charakterisiert die Fähigkeit, bei einwirkender Kraft Rissbildung, Rissausbreitung und Bruch zu widerstehen. Darunter wird das Arbeitsaufnahmevermögen verstanden, also jene Energie, die aufgebracht werden muss, bis Versagen eintritt. Bei Polymeren beruht diese Eigenschaft hauptsächlich auf Energieabsorption, welche stark von der Morphologie des Kunststoffes und der experimentellen Umgebung abhängig ist. Bei schlag- oder stoßartiger Beanspruchung hat neben der Temperatur vor allem die erhöhte Dehnungsgeschwindigkeit Folgen auf das Versagensverhalten von Kunststoffen [6, 9, 12-15].

Nahezu alle unorientierten Kunststoffe weisen sprödes Verhalten bei tiefen Temperaturen auf, welches auch durch hohe Dehnungsgeschwindigkeiten hervorgerufen wird. Aus diesem Grund werden in Praxisanwendungen viele Polymere durch Zugabe geeigneter Substanzen modifiziert um steiferes (höherer E-Modul) oder zäheres Materialverhalten zu generieren. Teilkristalline Werkstoffe können aufgrund ihres Aufbaus große Verformungen ohne Bruch ertragen. Diese Eigenschaft beruht auf der teilkristallinen Materialstruktur und den Möglichkeiten, durch Kettenbewegungen und Scherfließen und/oder Crazing diese Deformation aufzunehmen. Die Zähigkeit von Polymeren setzt sich somit aus dem Verhältnis zwischen plastischer Deformation

und anschließendem Bruch zusammen. Das Versagensverhalten selbst wird jedoch nahezu vollständig von Rissen und Kerben bestimmt. Unmodifizierte teilkristalline Werkstoffe weisen in ungekerbten Versuchen mäßig gute Zähigkeitswerte auf. Aus der Werkstoffprüfung ist jedoch für diesen Materialtyp die Empfindlichkeit gegenüber Kerben bekannt. Zur Erhöhung ihrer Zähigkeitseigenschaften werden zum Beispiel Elastomerpartikel im Reaktor oder als Blend beigemischt, um die Widerstandsfähigkeit gegenüber plastischen Deformationen bei Kerben oder anderen Schädigungen zu senken [17]. In Abschnitt 2.3.2 werden dabei die Versagensmechanismen näher betrachtet.

Die Bestimmung der Zähigkeit in der Werkstoffprüfung folgt dem Gedanken der Energieberechnung aus Kraft-Verformungskurven, wie sie bei instrumentierten Versuchen aufgezeichnet werden. Somit können zu jedem Zeitpunkt der schlag- oder stoßartigen Belastung die Verformung, die Kraft und somit auch die eingebrachte Energie bestimmt werden. Weiters erhält man aufgrund der vereinheitlichten Prüfmethoden Informationen über die Bruchvorgänge im Probekörper durch Beurteilung und Analyse des erhaltenen Bruchbildes.

2.2.2 Beschreibung des Spröd/Zäh-Übergangs

Der Spröd/Zäh-Übergang beschreibt die Veränderung der Zähigkeit in Abhängigkeit der Temperatur. Diese Änderung des Bruchverhaltens zeigt sich im Übergang von Sprödbrüchen zu Zähbrüchen. Dabei weist jeder Werkstoff eine Tief- und eine Hochlage auf (**Abb. 2.1**).

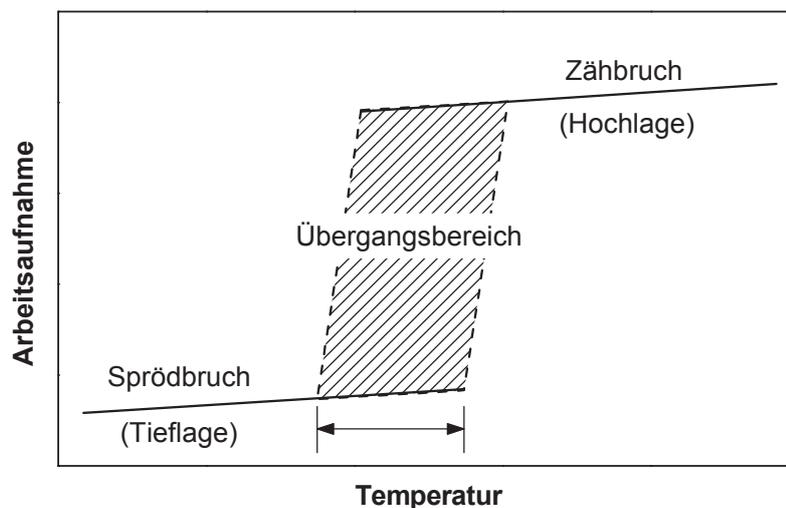


Abb. 2.1: Spröd/Zäh-Übergang des Arbeitsaufnahmevermögens in Abhängigkeit der Temperatur [9]

Die Lage dieser Übergangstemperatur ist jedoch nicht rein vom Werkstoff anhängig, sondern hat viele Einflussfaktoren aus Konstruktion, Verarbeitung und Prüfbedingungen. Einerseits muss bei der Übertragung dieser ermittelten Prüfwerte bei Praxisanwendungen die Geometriebezogenheit dieser Kennwerte beachtet werden. Andererseits reagieren z.B. Schlagzähigkeiten sehr stark auf Veränderungen der Kunststoffrezeptur oder der Herstellparameter und Kerben [6, 9-10].

Dieses Verhalten wird in einem Modell von Ludwig-Davidenkov-Orowan beschrieben. Dieses Kriterium definiert die Übergangstemperatur als Veränderung der Bruchart von sprödem hin zu zähem Verhalten [13,16,18].

In weiterer Hinsicht kann dieser Spröd/Zäh-Übergang auch als Übergang der Versagensmechanismen angesehen werden. In Tieflage tritt Sprödbbruch auf, die durch eine dominierende Crazebildung als Versagensart beschrieben werden kann. In der Hochlage treten Scherbänder als dominierende Versagensform auf, die auf zähe (duktiler) Brüche hinweisen [13].

Die Bestimmung einer Spröd/Zäh-Übergangstemperatur erfolgt in der Literatur mithilfe verschiedener Methoden. Bei Schlagbiegeversuchen mit steilen Anstiegen im Übergangsbereich wurden neben der Tangentenlegung aus Tief- und Hochlage der (Kerb-)Schlagzähigkeiten [1, 3] auch die Bruchoberflächen auf duktile Anteile untersucht [5]. In [2] wurde der Wendepunkt des temperaturabhängigen Verlaufs bestimmt. Bei Durchstoßversuchen verwendete in [4] die Verformung als Kriterium zur Bestimmung der Übergangstemperatur. Ebenso wurde die Durchstoßenergie zur Ermittlung vorgeschlagen.

2.3 Deformationsmechanismen und Spröd/Zäh-Übergänge in PP-Werkstoffen

Im folgenden Abschnitt werden speziell für PP-Werkstoffe die dominierenden Versagensmechanismen dargestellt. Im Weiteren werden diese Mechanismen anhand der Elastomermodifizierung erklärt. Als Ergänzung sind am Ende dieses Kapitels die Einflüsse von anorganischen Füllstoffen sowie der Kristallinität kurz dargestellt.

2.3.1 Deformationsmechanismen von Polypropylen

Die Bestimmung des Spröd/Zäh-Überganges beruht auf dem Umstand, dass sich die Versagensart von spröden nach duktilem Verhalten ändert [13,18]. Dies wird einer-

seits bei der Auswertung von Messkurven deutlich, da hier sowohl die aufgewandte Energie als auch die erlittene Verformung sich über der Temperatur verändern. Andererseits wird dieser Wechsel auch im Bruchbild sichtbar. Um nun die Art des auftretenden Deformationsmechanismus zu erkennen, ist es notwendig, den strukturellen Aufbau von teilkristallinen Kunststoffen zu verstehen.

Prinzipiell wird bei teilkristallinen Polymeren (und somit auch bei Polypropylen) in kristalline Phasen und amorphe Phase unterschieden. Dabei haben die amorphen Bereiche entscheidende Bedeutung, da diese zu Beginn für die plastischen Deformationen verantwortlich sind [19]. Mit diesem Hintergrund kann nun auf die beiden grundlegenden irreversiblen Deformationsmechanismen näher eingegangen werden, welche für teilkristalline Kunststoffe Crazeing und Shear yielding darstellen.

Crazeing

Unter einem Craze wird ein mikroskopisch kleiner „Riss“ verstanden, dessen Oberflächen durch Polymerfibrillen verbunden sind [19]. Crazeing entstehen durch lokale plastische Deformation. Die Fibrillen in dieser linsenförmigen Hohlrumbildung sind in Belastungsrichtung verstreckt und nehmen bis zu 60% des Craze-Volumens ein. Diese stammen durch oberflächennahe Extraktion von Polymerketten (surface drawing). Crazeing können bei teilkristallinen Werkstoffen sowohl unterhalb als auch oberhalb der Glasübergangstemperatur auftreten (im Vergleich dazu sind bei amorphen Kunststoffen oberhalb der Glasktemperatur keine Crazeing anzutreffen). Grundlegende Eigenschaft ist eine Volumenzunahme durch diese Hohlrumbildung. Die linsenförmige Crazeing-Struktur ist schematisch in **Abb. 2.2** dargestellt [19].

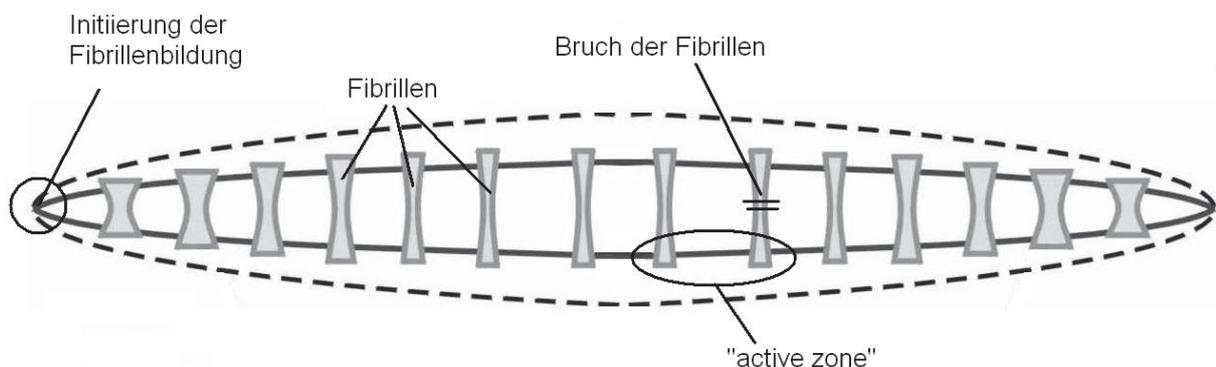


Abb. 2.2: Schematische Darstellung eines Crazeing

Crazes entstehen durch lokale plastische Deformationen an Einschlüsse oder anderen Unregelmäßigkeiten. Aufgrund dieser Spannungskonzentration setzt Hohlraum-bildung zum Abbau dieser Spannung ein. Dafür wird immer mehr Material verstreckt und es bildet sich eine Craze-Keimling aus. Das Wachstum dieses Crazes ist nun abhängig von der Bruchspannung der verstreckten Fibrillen. Da Crazes sehr effektiv Energie dissipieren können, ist die Stabilität dieser plastischen Deformationszone abhängig von der Verschlaufungsdichte der Fibrillen und dem undeformierten Polymerketten, welche auch als „active zone“ bezeichnet wird [19-20].

Das Wachstum wird von zweierlei Mechanismen gesteuert, welche, energetisch betrachtet, durch Überschreiten der kritischen Crazespannung auftreten. Einerseits kann Crazing aufgrund von Kettenspaltung auftreten. Wichtige Parameter für das Auftreten dieses Wachstumsmechanismus sind dabei die Kohäsivenergie (Oberflächenbildung) und die „scission energy“, welche für die Kettenspaltung benötigt wird. Andererseits kann crazing auch aufgrund von Kettenentschlaufungen stattfinden. Wichtige Parameter sind dabei das Molekulargewicht und die Temperatur. Das Versagen eines Craze tritt durch Bruch der Fibrillen auf, sodass ein Riss entsteht [19-20].

Shear yielding

Der auch als Scherfließen bekannte plastische Deformationsmechanismus tritt bei teilkristallinen Werkstoffen unterhalb und oberhalb der Glasübergangstemperatur auf. Dabei bleibt trotz plastischer Verformung das Gesamtvolumen konstant. Grundprinzip ist ein Abgleiten von Molekülketten an definierten Ebenen. Am Beispiel einer definierten einachsigen Zugbeanspruchung werden verschiedene Ausformungen unterschieden. Je nach Beanspruchung treten verschiedene Formen bezüglich der plastischen Deformation auf. Im ersten Fall sind nur die amorphen Bereiche betroffen, die sich aufgrund mangelnder Verschlaufungen zu verstrecken beginnen. Die nächste Stufe beschreibt dazu eine Verschiebung der Kristallinitätsachsen in Beanspruchungsrichtung. Die Beweglichkeiten dieser Bereiche führt in der nächsten Fall zu einer Rotation dieser Kristallinitätsachsen, wobei sich die Kristallitstruktur in Beanspruchungsrichtung orientiert. Für eine weitere Reduzierung der Beanspruchung werden in die Kristallbereiche durch Scherfließen aufgebrochen, womit die Zerstörung der kristallinen Bereiche einsetzt. Bei noch höherer Belastung werden die noch amorphen Bereiche zwischen den aufgebrochenen Kristallstrukturen ebenfalls ver-

streckt. Somit sind sämtliche kristalline Strukturen und verstreckten amorphen Ketten in Belastungsrichtung orientiert. Neben dem Auflösen von kristallinen Überstrukturen können andererseits auch Rekristallisationen aufgrund dieser Verstreckungen auftreten. Das Versagen tritt schließlich durch Abgleiten der Molekülketten als plastische Deformation auf [19-20].

2.3.2 Einfluss auf die Übergangstemperatur und Versagensmechanismus am Beispiel der Elastomermodifizierung

Polypropylen hat nur sehr geringe Zähigkeitswerte unterhalb der Glasübergangstemperatur aufzuweisen. Aus diesem Grund wird diesem Werkstoff im Anwendungsgebiet unter 0°C eine Elastomerphase beigemischt, um die Zähigkeitseigenschaften in diesem Temperaturgebiet zu verbessern. Die mechanischen Eigenschaften hängen nun von Typus und Anteil des Elastomers einerseits und von der Verträglichkeit und Wechselwirkung zwischen den beiden Phasen andererseits ab [22]. Dabei kann dieser Elastomeranteil als Monomer bereits durch direkte Polymerisation im Reaktor beigefügt werden und steigert somit aufgrund der regelmäßigeren Anordnung der Partikel als fein disperse Phase in der Matrix die Zähigkeitseigenschaften [23-24]. Allgemein ist jedoch bekannt, dass jede Zugabe von Elastomerpartikel zu Polypropylen die Zähigkeitseigenschaften verbessert [24-25].

Der dominierende Deformationsmechanismus bei elastomermodifiziertem Polypropylen ist jener des Scherfließens. Dieser Vorgang im Werkstoff ist mehrstufig und umfasst Deformationen der Elastomer- und Matrixphase. Die einwirkende Belastung verursacht zu Beginn eine rein elastische Materialantwort. Diese führt in der dispersen Phase zu einer Hohlräumbildung, was als Initiierung angesehen werden kann. Im weiteren Verlauf dieser plastischen Deformation entstehen Scherbänder in der Matrix zwischen den Elastomerphasen, wobei die entstandene Hohlräumbildung aufrecht bleibt. Dieses Scherfließen weitet sich mit steigender plastischer Deformation weiter aus. Auch die Elastomerphasen beginnen sich in Belastungsrichtung zu platzieren. Der Bruch setzt dann durch Versagen der Matrix ein [19, 25-26].

Der Elastomeranteil hat somit zwei Funktionen. Durch Hohlräumbildung der dispersen Phase verändert sich der Spannungszustand der umgebenden Matrix. Zudem dienen die Partikel zur Spannungskonzentration, die weiters auf die Matrix abgegeben werden kann. Aus diesem Grund ist Scherfließen der Matrix möglich. Diese bei-

den Funktionen stehen in direktem Zusammenhang mit dem Anteil der Elastomerphase im PP [3, 26].

Der Einfluss dieser Elastomerpartikel als disperse Phase wird von [27] speziell untersucht. Darin werden verschiedene Modelle vorgestellt, mit denen der kritische Durchmesser der einzelnen Elastomerteilchen für eine Zähigkeitsverbesserung beschrieben wurde.

Grundsätzlich ist die Beeinflussung der Zähigkeit durch Elastomermodifizierung und somit der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur abhängig vom Volumenanteil, der Größe der Partikel und des Adhäsionsvermögens. Jedoch ist dabei zu beachten, dass ein fundamentaler Zusammenhang zwischen Partikelgröße und Volumenanteil vorliegt. Höhere Volumenanteile des Elastomers mit geringer werdendem Partikelabstand und somit kleinere Partikel verbessern die Zähigkeit. Somit ist ein notwendiger kritischer Gehalt an Elastomerpartikeln in der Matrix für eine Änderung der Zähigkeit vonnöten. Weiters zeigen elastomermodifizierte Materialien sprödes Materialverhalten, sofern der Partikeldurchmesser größer ist als der kritische Wert. Duktiles und somit zähes Verhalten ist bei kleineren Werten im Vergleich zum kritischen Partikeldurchmesser zu beobachten. Im Folgenden werden drei verschiedene Modelle angeführt, wobei letzteres den Einfluss auf die Übergangstemperatur am besten wiedergibt [27].

Interfacial area model

In diesem Modell ist die Übergangstemperatur durch einen kritischen Wert der Elastomer-Matrix-Grenzflächen bestimmt. Der kritische Partikelradius d_c ist bestimmt durch:

$$d_c = 6 \Phi_r / A_c$$

Die Variablen Φ_r und A_c bezeichnen den Elastomervolumenanteil und die kritische Elastomer-Matrix-Grenzfläche. Aufgrund dieser Beziehung herrscht eine lineare Beziehung zwischen dem Volumenanteil Φ_r und dem kritischen Partikelradius d_c .

Particle concentration model

Dieses Modell beschreibt die Abhängigkeit der Übergangstemperatur von einer kritischen Anzahl der Elastomerteilchen. Die kritische Anzahl an Elastomerteilchen wird darin durch N_c wiedergegeben. Somit ergibt sich d_c aus:

$$d_c = \{ (6 \Phi_r) / (\pi N_c) \}^{1/3}$$

Aufgrund dieser Beziehung herrscht eine lineare Beziehung zwischen $\Phi_r^{1/3}$ und dem kritischen Partikelradius d_c .

Interparticle distance model

In diesem Modell wird die Übergangstemperatur durch einen kritischen Abstand der Elastomerpartikel untereinander bestimmt. Der kritische Abstand der Partikelteilchen wird darin durch T_c wiedergegeben.

$$d_c = T_c \{ (\pi / (6 \Phi_r)) \}^{1/3} - 1 \}^{-1}$$

Dieses Modell bestimmt im Vergleich zu den beiden anderen Modellen den Übergangsbereich am besten. Ein Werkstoff kann somit als zäh beschreiben werden, sobald die Abstände der Elastomerpartikel unter diesen kritischen Wert T_c fallen. Andererseits tritt sprödes Versagen auf, wenn dieser Wert überschritten wird. In anderen Worten formuliert verhält sich ein elastomermodifizierter Werkstoff nur dann zäh, wenn sich das Belastungsfeld auf sämtliche Partikeln aufteilen kann. Durch diese Interaktion dieser einzelnen Felder verteilt sich die Belastung auf den gesamten Werkstoff und durch diese Wechselwirkung tritt Fließversagen ein. Sprödes Versagen kann auch dann auftreten, wenn die Elastomerpartikel chemisch gebunden in der Matrix vorliegen aber der kritische Partikelabstand dabei überschritten wird. Insgesamt entscheidend sind dabei die Adhäsionskräfte zwischen diesen beiden Phasen [27]. Diese Eigenschaften wurden auch in [29] entsprechend untersucht und nachgewiesen. In [28] wird dieses Modell erweitert, indem angegeben wird, dass der kritische Partikelabstand in Relation zum Produkt der Fließspannung und der Fließdehnung steht. Je größer dieses Produkt aus Spannung und Dehnung war, umso geringer fiel der kritische Partikelabstand aus.

2.3.3 Einflüsse von anorganischen Füllstoffen und der Kristallinität

Der Einfluss von anorganischen Füllstoffen (z.B. Talkum) wird in [17, 25] angeführt. Diese Modifizierung führt im Wesentlichen zu einer Erhöhung der Steifigkeit. Dabei wird jedoch die Übergangstemperatur aufgrund dieser Partikel kaum beeinflusst. In [1] wird der Einfluss der Kristallinität untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass höhere Kristallinitätswerte auch höhere Übergangstemperaturen hervorrufen, da dadurch

die Fließspannung steigt [3]. Somit hängt die Übergangstemperatur direkt mit der Kristallinität zusammen. Dabei wurde auch der Zusammenhang der Kristallinität mit den Bruchenergien und den Verformungen untersucht. Steigende Kristallinität führt zu geringeren Verformungen. Im Falle von sprödem Versagen sinken auch dabei die Bruchenergien. Bei duktilen Versagen wurde dabei keinerlei Abhängigkeit der Bruchenergie festgestellt [1].

Bei Versuchen mit β -nukleierten Werkstoffen wurde jedoch festgestellt, dass der prozentuelle Anteil dieser Kristallformation durch die Spritzgussherstellung sinkt. Mit steigender Fließweglänge nahm der Anteil kontinuierlich ab, bis dieser nahezu vollständig verschwand. Dieses Phänomen wurde sowohl mit einem instrumentierten Charpy Pendel (geringerer Verformungswege) als auch mittels Röntgendiffraktometrie (fehlender Peak im Spektrum) nachgewiesen [30].

3 Experimentelles

3.1 Verwendete Materialien

In der vorliegenden Arbeit wurden insgesamt drei verschiedene Polypropylen-Typen untersucht. Alle Prüfmaterialien sind kommerziell verfügbar und werden bis dato in verschiedenen wirtschaftlichen Produkten eingesetzt. **Tabelle 3.1** stellt im Überblick diese Werkstoffe kurz dar.

Tabelle 3.1: Untersuchte Werkstoffe, Werkstoffbezeichnungen und Hinweise zum Werkstoffaufbau

Werkstoffkurzbezeichnung*	Kommerzielle Bezeichnung	Polymer bzw. Polymermatrix	Füllstoff
PP(H)	Beta (β)-PP TM BE60-7032	PP-Homopolymer β -nukleiert	---
PP(E)-T10	Daplen TM EE103AE	PP-Copolymer elastomermodifiziert	10% Talkum
PP(C)-T20	ME266U	PP-Copolymer	20% Talkum

* Die Verarbeitung der Werkstoffe zu Probekörpern über das Spritzguss- bzw. Pressverfahren wird durch die Zusätze IM („injection moulding“) bzw. CM („compression moulding“) angezeigt.

Das erste Material mit der Bezeichnung Beta (β)-PPTM BE60-7032 (im Text künftig als PP(H) bezeichnet) ist ein β -nukleiertes Polypropylen Homopolymer. Dieser hochmolekulare Werkstoff mit niedrigem Schmelzindex und feinkörniger Kristallstruktur (β -Form) hat als Basiseigenschaften sehr gute Schlagzähigkeitswerte bereits bei niedrigen Temperaturen, gesteigerte Festigkeitswerte und eine verbesserte chemische Resistenz. Prinzipiell kann dieser Werkstoff sowohl im Spritzguß- als auch im Extrusionsverfahren verarbeitet werden. Verwendung findet dieses Material als Rohwerkstoff, für gepresste und extrudierte Platten und in Produkten der technischen Chemie.

Das zweite Material mit der Bezeichnung DaplenTM EE103AE (im Text künftig als PP(E)-T10 bezeichnet) ist ein elastomermodifiziertes, 10% mineralisch gefülltes Polypropylen speziell entwickelt für den Spritzgußeinsatz. Dieser Werkstoff hat aufgrund

der Zusammensetzung eine gute Ausgewogenheit zwischen Schlagzähigkeit und Steifheit und ist einfach verarbeitbar. Weiters erlaubt eine große Fließfähigkeit während der Verarbeitung komplexe Strukturen mit hohen Fließwegen/Wanddicken-Verhältnissen auszuformen. Verwendung findet dieses Material vor allem in der Automobilindustrie.

Das dritte Material mit der Bezeichnung ME266U (im Text künftig als PP(C)-T20 bezeichnet) ist ein 20% mineralisch gefülltes Polypropylen entwickelt für den Spritzguss. Dieser Werkstoff hat ebenfalls eine gute Ausgewogenheit zwischen Schlagzähigkeit und Steifheit. Aufgrund der einfachen Verarbeitbarkeit mit guter Oberflächenqualität wird dieses Material hauptsächlich in der Automobilbranche für Verkleidungen, Strukturen und weitere Innenteile verwendet.

Tabelle 3.2 zeigt im Überblick die Charakteristika der Basiseigenschaften dieser Werkstoffe inklusive der verwendeten Testmethode. Die darin enthaltenen Kennwerte sind aus den Datenblättern der entsprechenden Materialien entnommen.

Tabelle 3.2: Charakteristische Werkstoffeigenschaften

Eigenschaft	Materialbezeichnung		
	PP(H)	PP(E)-T10	PP(C)-T20
Farbe	grau	schwarz	weiss
Dichte Compound [kg/m ³]	905	950	1050
MFI (230 °C / 2,16 kg) [g/10min]	0,3	12	12
E-Modul (1 mm/min) [MPa]	1300	1400	2950
Streckdehnung (50 mm/min) [%]	10	5	5
Streckspannung (50 mm/min) [MPa]	30	19	28
Schlagzähigkeit 23 °C gekerbt [kJ/m ²]	50	60	6
Schlagzähigkeit -20 °C gekerbt [kJ/m ²]	5	6	2,5

3.2 Probekörperherstellung

Sämtliche Probekörper für die durchgeführten Versuche wurden hausintern im Technikum auf Spritzgussmaschinen und Pressen hergestellt. Dazu wurde handelsübliches, chargengleiches Kunststoffgranulat der einzelnen Formulierungen für die Verarbeitung verwendet.

3.2.1 Charpy-Prüfkörper

Die spritzgegossenen Prüfkörper für die Schlagbiegeprüfung (**Abb. 3.1**) wurden auf einer Spritzgussmaschine der Marke Klöckner Ferromatik (Ferromatik Milacron Maschinenbau GmbH, Malterdingen Deutschland) mit einer maximalen Schließkraft von 600kN produziert. Alle Prüfkörper aus den genannten Materialien wurden dabei mit denselben Maschinenparametern hergestellt. Einzig beim Material PP(H) musste die Masstemperatur aufgrund des geringen MFI-Wertes bei der sonst verwendeten Temperatur von 200°C auf 250°C erhöht werden.

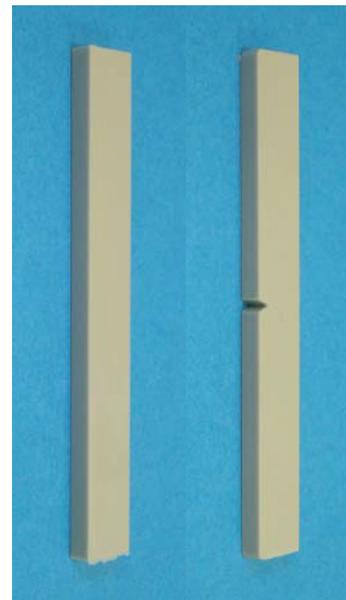
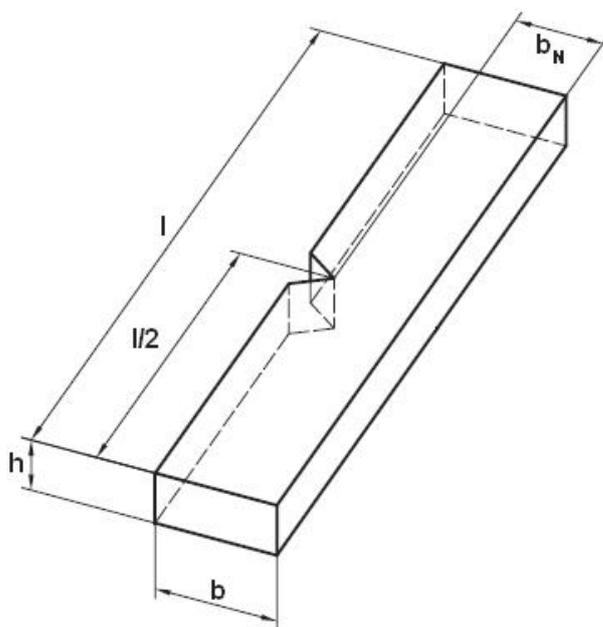


Abb. 3.1: Schlagbiegeversuch: Probekörper mit Maßen ($l \times b \times h$) 80 x 10 x 4 mm und Kerbform

Die gepressten Prüfkörper (**Abb. 3.1**) für die Schlagbiegeprüfung wurden aus Platten der Maße ($L \times B \times H$) 300 x 300 x 4 mm hergestellt. Diese Platten wurden auf einer Plattenpresse der Marke Colin produziert. Die maximale Heiztemperatur war bei 210°C. Besonders zu beachten war die auftretende Schwindung beim Abkühlen der Platten in der Presse, da die Dickenabnahme bei diesen 4mm dicken Platten bis zu

0,4 mm betrug. Nach diesem Pressvorgang wurden aus diesen Platten durch Schneiden und Fräsen die Prüfkörper herausgearbeitet.

Da sämtliche Probekörper sowohl ungekerbt als auch gekerbt geprüft wurden, war die Einbringung einer V-Kerbe unter genormten Bedingungen (Kerbe Typ A: 0,25mm Kerbradius, Restbreite b_N Probekörper 8mm bei einem Winkel von 45°) durch Fräsen in einem weiteren Schritt notwendig.

3.2.2 Durchstoß-Prüfkörper

Die spritzgegossenen Prüfkörper der Maße (L x B x H) 60 x 60 x 3 mm für die Durchstoßprüfung (**Abb. 3.2**) wurden ebenfalls auf derselben Spritzgussmaschine produziert. Alle Prüfkörper aus den genannten Materialien wurden dabei mit denselben Maschinenparametern hergestellt. Einzig beim Material PP(H) musste wiederum die Masstemperatur aufgrund des geringen MFI-Wertes bei der sonst verwendeten Temperatur von 200°C auf 250°C erhöht werden.

Die gepressten Prüfkörper für die Durchstoßprüfung haben dieselben Maße wie die Spritzgussprodukte und wurden aus Platten der Maße (L x B x H) 300 x 300 x 3 mm hergestellt. Diese Platten wurden ebenfalls auf derselben Plattenpresse produziert, dessen maximale Heiztemperatur auf 210°C beschränkt wurde. Nach diesem Pressvorgang wurden aus diesen Platten durch Schneiden die Prüfkörper herausgearbeitet.

Da sämtliche Probekörper sowohl ungekerbt als auch gekerbt geprüft wurden, war die Einbringung einer V-Kerbe unter nun eigens definierten Bedingungen (Kerbe mit 0,25 mm Kerbradius, Restbreite 2 mm bei einem Winkel von 45°) nötig. Da es keine normativen Vorgaben für die Einbringung einer Kerbe in Platten gab, wurde die Kerbform der Schlagbiegeprüfung verwendet und mit dessen genormten Fräswerkzeugen die Kerbe eingebracht. Als Kerbform bei den Spritzgussprodukten wurde eine Längskerbe einerseits in Spritzrichtung als auch quer dazu definiert.

Bei den gepressten Prüfkörpern wurde aufgrund fehlender Orientierungen wie beim Spritzgussprodukt nur eine einfache Längskerbe gewählt. Weiters wurde eine kreisförmige Kerbform in der Mitte des Probekörpers mit Durchmesser 20 mm auf einer Drehbank in den Probekörper eingebracht. Der Kerbdurchmesser wurde bewusst auf diesen Maßstab festgelegt, da der Stoßkörper beim instrumentierten Durchstoßver-

sich ebenfalls denselben Durchmesser besitzt. **Abbildung 3.2** zeigt die beiden verwendeten Kerbformen.

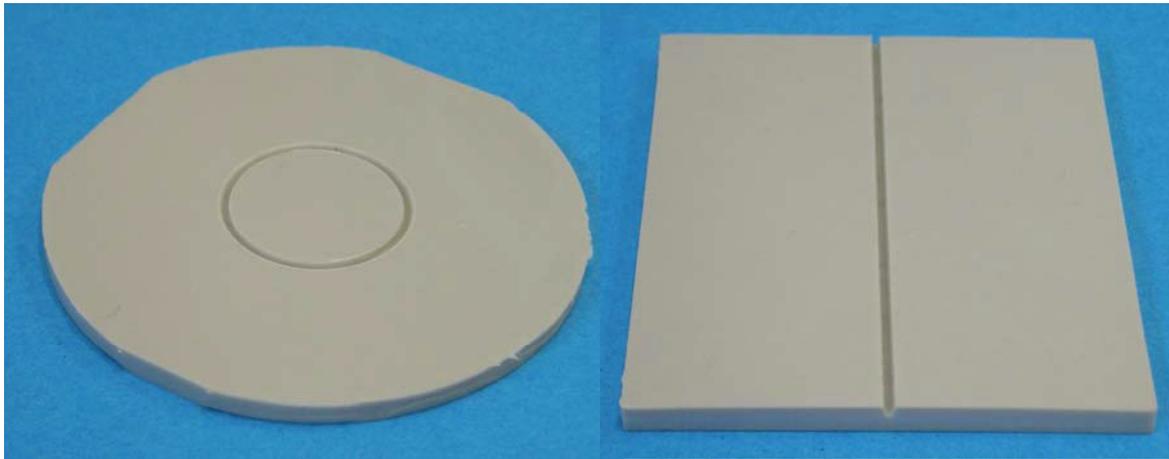


Abb. 3.2: Durchstoßversuch: Probekörper und Kerbformen

3.3 Prüfmethoden und Auswertung

Das Abarbeiten des umfangreichen Versuchsprogramms (vgl. Abschnitt 3.5) mit einer großen Anzahl an Materialprüfungen war nur durch den Einsatz vollautomatischer Prüfmaschinen möglich. Aufgrund des Umstandes, dass für beide Prüfmethoden (sowohl für den Schlagbiegeversuch als auch für die Durchstoßprüfung) automatisierte Prüfgeräte zur Verfügung standen, konnte auch dementsprechend der Versuchsplan ausgelegt werden. Somit konnte der Detailliertheitsgrad der Rampenversuche je nach Bedarf gesteigert werden, um sämtliche Veränderungen und für die Charakterisierung der Materialien notwendigen Daten zu ermitteln.

Für die Durchführung der Schlagbiege- und Durchstoßprüfungen wurden jeweils ein instrumentiertes Pendelschlagwerk der Firma Zwick (Zwick GmbH&CoKG, Ulm, D) und eine instrumentierte, servohydraulische Durchstoßprüfmaschine der Marke Roell/Amsler (Zwick GmbH&CoKG, Ulm D) verwendet. Der gesamte Versuchsaufbau entsprach den Normen EN ISO 179-2 (Charpy) und EN ISO 6603-2 (Durchstoß), welche im folgenden Abschnitt dieser vorliegenden Arbeit beschrieben sind.

3.3.1 Schlagbiegeprüfung

Prüfaufbau und Versuchsdurchführung

Das verwendete Charpy Schlagpendel ist eine vollautomatische Prüfmaschine mit instrumentierter Messanordnung und vollautomatischer Probenzuführung mit integ-

rierter Temperierung. Die Probekörper werden beschriftet und ungekerbt oder gekerbt in Magazinen der Automatik zugefügt. Vor Beginn der Temperierung wird automatisch eine Messung einerseits der Höhe und Breite bei ungekerbten Prüfkörpern oder andererseits der Höhe und Kerbtiefe bei gekerbten Probekörpern vorgenommen. Die Temperierung erfolgt über eine Kontakttemperiereinheit: die Probekörper werden einzeln mithilfe von Schiebern zwischen zwei temperierten Kupferplatten durchgeschleust. Aufgrund des geringen Abstandes der beiden temperierten Platten (der Abstand der Platten ist gleich der Dicke des Probekörpers) erfolgt die Übertragung nicht über die umgebende Luft als Temperiermedium, sondern über Wärmeleitung der Kupferplatten. Die Wirkungsweise und Steuerung ist in einem von der Universität Karlsruhe entwickelten mathematischen Modell hinterlegt, sodass eine Temperierung des Probekörperkerns garantiert werden kann. Nach erfolgreicher Temperierung wird der Probekörper erneut über einen Schieber in die Auflagervorrichtung des Pendelschlagwerkes befördert. In **Abb. 3.3** ist der prinzipielle Aufbau der Pendeleinheit dargestellt.



Abb. 3.3: Instrumentiertes Charpy-Pendel (Schlagbiegeprüfung): Auflager mit Probekörper, Temperierkammer (in Blechverkleidung) und Pendelhammer

Nicht wie üblich bei Charpy Prüfmaschinen, wo für jedes Energieniveau ein eigener Pendelhammer zur Verfügung steht, besitzt dieses Prüfgerät nur einen Pendelham-

mer. Somit ist nun möglich, jede gewünschte Schlagenergie aus dem notwendigen Auslenkwinkel zu bestimmen. In der Blechverkleidung (rechts) befindet sich die Temperierkammer, aus der mit einem Schieber der Probekörper in die Auflager geschoben wird. Ein Drehzylinder drückt zur Sicherheit den Probekörper erneut gegen die Widerlager. Erst danach erfolgt die Freigabe und der Pendelschlag wird ausgelöst. Am Pendelhammer ist mittig gelegen die Finne für die Kraftmessung befestigt.

Datenreduktion

Sämtliche erhaltene Messkurven wurden nach den normativen Vorgaben der EN ISO 179-2 [32] ausgewertet. Diese dient zur Eruierung der Charpy-Schlagzähigkeit von Kunststoffen basierend auf Kraft-Verformungsdiagrammen. Aufgrund der instrumentierten Prüfung war es nun möglich, sämtliche Messparameter getrennt voneinander zu betrachten. Für die Auswertung der erhaltenen Messwerte wurden folgenden Parameter aus der Norm entnommen.

- **Kraft F [N]:** die vom Schlagpendel auf den Probekörper in Schlagrichtung ausgeübte Kraft

F_{MAX} : Maximalkraft

Inertial Peak F_I : erstes Kraftmaximum in Kraft/Verformungs-Diagramm durch Kontaktverlust des Pendelhammers am Probekörper

- **Weg s [mm]:** relative Verschiebung zwischen Pendelhammer und Probekörper (entspricht dem Weg des Pendelhammers ab erstmaliger Berührung des Probekörpers)

s_M : Verformung bei Maximalkraft

s_B : Verformung bei Bruch – Kraftwert von s_B ist kleiner oder gleich 5% von Kraftmaximum

s_L : Verformungsgrenze, Beginn des Durchziehens im Bereich von 32 bis 34 mm

Zusätzlich wurde noch die Verformungsdifferenz Δs aus Bruchverformung s_B und Verformung bei Maximalkraft s_M gebildet, um die Verformung nach dem Erreichen des Kraftmaximums separat zu beschreiben.

- **Energie w [J]:** für Beschleunigung (Inertial Peak), Verformung und Bruch auf gewendete Energie in Abhängigkeit von der Verformung s (integrative Größe aus F-s-Diagramm)

w_M : aufgewandte Energie bis Kraftmaximum

w_B : Energie bis Bruchverformung s_B

In Analogie zur Verformung wurde noch die Energiedifferenz Δw aus Bruchenergie w_B und der Energie bei Maximalkraft w_M gebildet, um die Energiebeträge nach dem Erreichen des Kraftmaximums separat zu beschreiben.

- **Schlagzähigkeit a_k [kJ/m²]:** Energie bis Bruchverformung s_B bezogen auf die Querschnittsfläche (gekerbt und ungekerbt)

a_{kU} : Schlagzähigkeit ungekerbt

a_{kN} : (Kerb-) Schlagzähigkeit gekerbt

Die Lage der einzelnen Messpunkte im Kraft-Verformungsdiagramm ist in **Abb. 3.4** dargestellt.

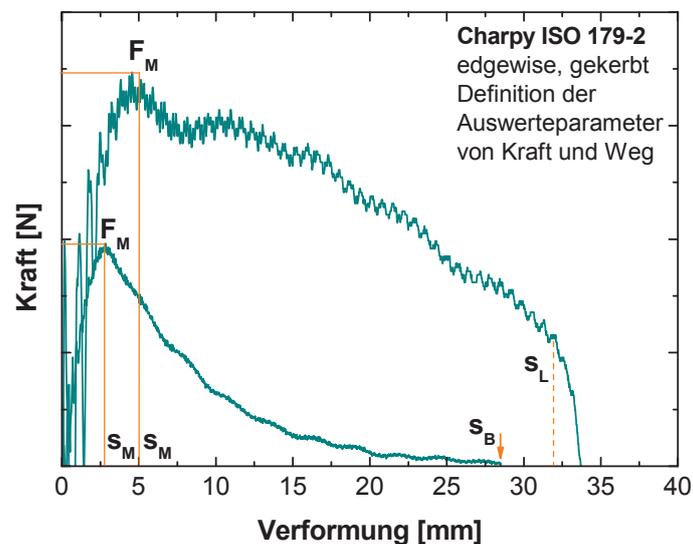


Abb. 3.4: Lage der Auswerteparameter Kraft und Verformung beim instrumentierten Schlagbiegeversuch

Schädigungsklassifizierung

Die aus dem Schlagbiegeversuch eruierten Kraft-Verformungs-Kurven zeigen aufgrund ihres unterschiedlichen Verlaufes insgesamt 5 verschiedene Schadenstypen, welche anhand normativer Verweise in folgende Versagensformen unterteilt werden:

- **Splintering Break (s)** – Splitterbruch; kein Fließen, instabile Rissbildung
- **Brittle Break (b)** – Spröbruch; Fließen mit anschließender instabiler Rissbildung
- **Tough Break (t)** – Zähbruch; Fließen mit anschließender stabilen Rissbildung bis zur Verformungsgrenze s_L (Kraftwert an dieser Stelle ist max. 5% von F_{MAX})
- **Partial Break (P)** – Teilbruch; Fließen mit anschließender stabilen Rissbildung bis zur Verformungsgrenze s_L (Kraftwert an dieser Stelle ist min. 5% von F_{MAX})
- **No Break (N)** – kein Bruch; Schädigung durch Fließen (plastische Deformation) bis zur Verformungsgrenze s_L

In **Abb. 3.5** sind sämtliche Versagensformen durch Kraft-Weg-Kurven dargestellt. Diese Messkurven entstammen aus bereits durchgeführten Messungen und geben die normtypischen Charakteristika der Versagensformen wieder. Anhand dieser Einteilung wurden sämtliche Messkurven aus den durchgeführten Versuchen am instrumentierten Schlagpendel ausgewertet.

Die Schadenstypen „Splintering Break“ in **Abb. 3.5 (a)** und „Brittle Break“ in **Abb. 3.5 (b)** weisen sprödes Verhalten auf und brechen beim Erreichen des Kraftmaximums. Sobald durch Fließen eine Plateaubildung mit Kraftabfall stattfindet, ist dieser Bruchtyp dem „Tough Break“ zuzuweisen, welcher in **Abb. 3.5 (c)** dargestellt ist. Dieser Bruchtyp weist im Gegensatz zum „Partial Break“ in **Abb. 3.5 (d)** eine geringere Verformung auf. Der wesentliche Unterschied liegt darin, dass die Verformungsgrenze s_L bei „Tough Break“-Bruchtypen nur mehr mit einem Kraftwert von unter 5% von F_{MAX} erreicht wird, während bei „Partial Break“-Bruchtypen der Kraftwert mindestens 5% von F_{MAX} aufweist. Der Schadenstyp „No Break“ ist in **Abb. 3.5 (e)** dargestellt. Charakteristisch für diese letzten beiden Schadenstypen ist eine Deformation bis zur Verformungsgrenze s_L . Zu Beginn der Schädigung tritt Fließen auf. Im Gegensatz zum Bruchtyp „no break“, bei dem der Probekörper durch die Widerlager unter plastischer Verformung durchgezogen wird, setzt beim Bruchtyp „Partial Break“ stabiles Risswachstum ein. Dabei kann der Probekörper zusätzlich zur auftretenden 3-Punkt-Biegebelastung auch eine Drehung erleiden. Evident ist diese Deformation bei Betrachtung des Prüfkörpers, wenn die Probenkörperachsen nicht mehr parallel zueinander liegen.

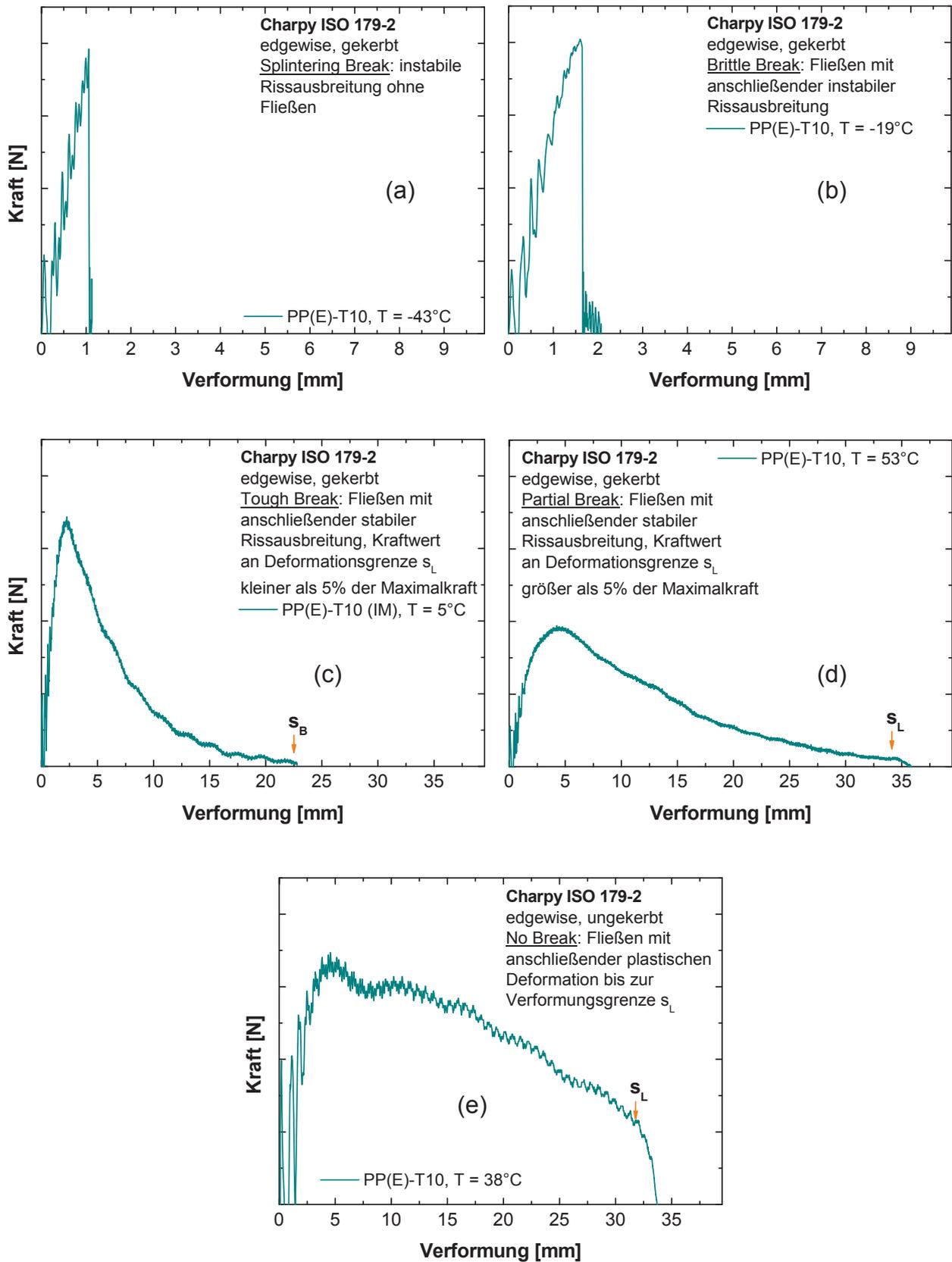


Abb. 3.5: Kraft-Verformungs-Diagramme für Bestimmung der Schadenstypen (a) „Splintering Break“, (b) Brittle Break, (c) „Tough Break“, (d) „Partial Break“ und (e) „No Break“

Zusätzlich zur Schädigungsklassifizierung nach ISO 179-2 wurden in dieser Arbeit die erhaltenen Bruchbilder auch nach ISO 179-1 [31] ausgewertet, da in dieser Norm die Bruchfragmente klassifiziert werden. Somit lässt sich ein vollständiges Bild im Vergleich der Auswertung von Messkurven und Bruchbildern für eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur darstellen. In der Norm werden die Bruchfragmente in 4 Bruchtypen eingeteilt:

- **Complete Break (C):** Vollbruch; Bruch des Probekörpers in 2 Teile
- **Hinge Break (H):** Scharnierbruch; inkompletter Bruch, Probekörperhälften werden nur durch dünne Randschicht in Form eines Scharniers mit geringer Steifigkeit zusammengehalten
- **Partial Break (P):** Teilbruch; inkompletter Bruch mit Riss (kein Scharnierbruch)
- **No Break (N):** kein Bruch; Probekörper zeigt keinen Riss (jedoch Weißbruch), durchgezogen und abgewinkelt

3.3.2 Durchstoßprüfung

Prüfaufbau und Versuchsdurchführung

Die verwendete Prüfeinrichtung ist eine servohydraulische Prüfmaschine mit ebenfalls integrierter Kontakt-Temperiereinheit (Stickstoffgekühlt) sowie mit vollautomatischer Probekörperzuführung, welche eine automatische Dickenmessung beinhaltet. Als Besonderheit ist hier ebenfalls die Kontakt-Temperiereinheit zu erwähnen. Der Prüfkörper wird mit einer Transportkette zwischen zwei temperierten Kupferplatten durchgeschleust. Aufgrund des geringen Abstandes der beiden temperierten Platten (der Abstand der Platten ist gleich der Dicke des Probekörpers) erfolgt die Übertragung nicht über die umgebende Luft als Temperiermedium, sondern über Wärmeleitung der Kupferplatten. Die Wirkungsweise und Steuerung ist in einem von der Universität Karlsruhe entwickelten mathematischen Modell hinterlegt, sodass eine Temperierung des Probekörperkerns garantiert werden kann. Die Hydraulikanlage ist ausgelegt auf Prüfungsgeschwindigkeiten von bis zu 12m/s. Der Probekörper wird nach Zufuhr aus der Temperiereinheit hydraulisch in der Einspannvorrichtung fixiert. Der Durchstoßkörper wird vor jedem Versuch in Interflon®, einem auf Teflon basierendem Schmiermittel, eingetaucht. Die Messeinheit an der Stoßkörperspitze bildet eine

piezoelektrische Kraftmessdose bis 20 kN sowie ein LVDT-Wegmesssystem (linearer variabler Differential-Transformator).

In **Abb. 3.6** sind im Vordergrund die hydraulische Einspannvorrichtung und der Schmierölbehälter zu sehen, darüber der geschmierte Durchstoßkörper. Im Hintergrund befindet sich die Temperiereinheit (ockerfarbene Seitenverkleidung) und die automatische Probenzufuhr. Beim Prüfvorgang wird zuerst der Stößel in Schmieröl eingetaucht. Anschließend wird der temperierte Prüfkörper automatisch in die Einspannvorrichtung geschoben und dort hydraulisch fixiert. Nach diesen regeltechnisch vollautomatisierten Prozessschritten erfolgt die Durchstoßprüfung, indem der Durchstoßkörper servohydraulisch betrieben von oben auf den Prüfkörper aufschlägt.

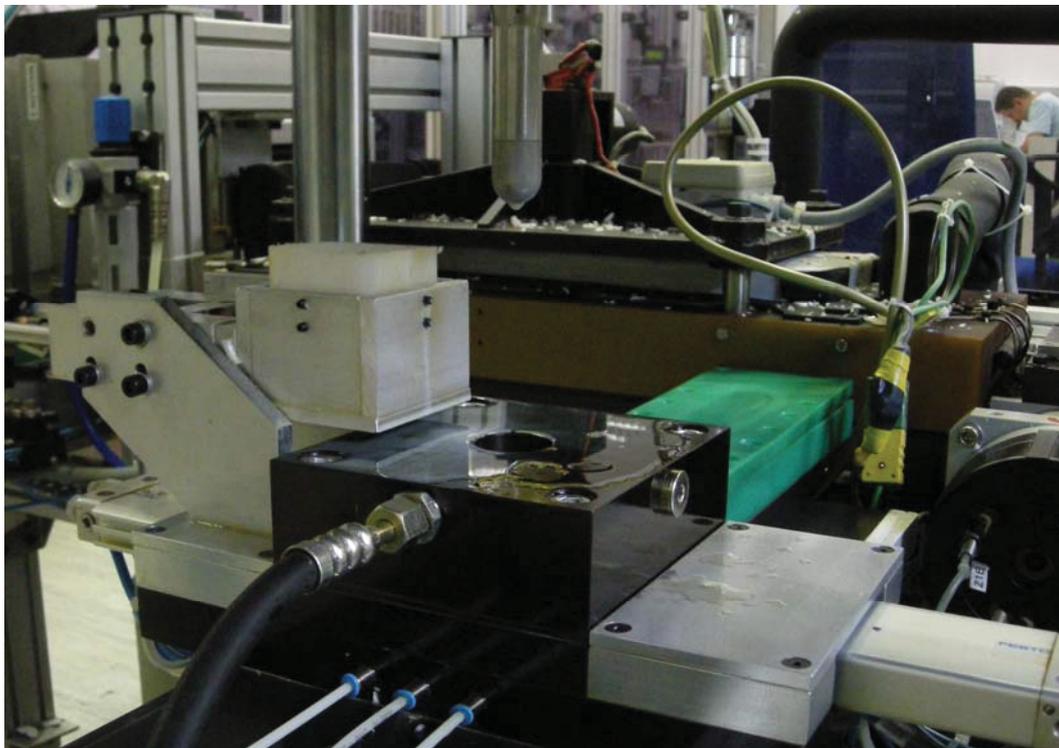


Abb. 3.6: Instrumentiertes Durchstoßprüfung: Einspannvorrichtung mit Schmierölbehälter und Durchstoßkörper, im Hintergrund Kontakttemperiereinheit (Ockerfärbig)

In einer weiteren Versuchsserie wurde der Einfluss der Schmierung auf den Spröd/Zäh-Übergang ermittelt. Dazu wurde die vollautomatische Schmiermittelzufuhr deaktiviert. Ansonsten wurden sämtliche Parameter unverändert in die Prüfvorschrift übernommen und der Versuch in Analogie zu den geschmierten Prüfungen durchgeführt.

Datenreduktion

Die erhaltenen Messkurven wurden nach Norm EN ISO 6603-2 [33] ausgewertet. Diese Prüfnorm dient zur Ermittlung der Durchstoßenergie von Kunststoffen basierend auf Kraft-Verformungsdiagrammen. Aufgrund der instrumentierten Prüfung war es nun erneut möglich, sämtliche Messparameter getrennt voneinander zu betrachten. Für die Auswertung der erhaltenen Messwerte wurden folgenden Parameter aus der Norm sinngemäß entnommen.

- **Kraft F [kN]:** die vom Durchstoßkörper auf den eingespannten Probekörper in Stoßrichtung ausgeübte Kraft

F_{MAX} Maximalkraft

F_{50} Kraft bei 50%igen Abfall vom Kraftmaximum

- **Weg s [mm]:** relative Verschiebung zwischen Durchstoß- und Probekörper (entspricht Weg des Durchstoßkörpers ab erstmaliger Berührung des Probekörpers)

s_{MAX} Verformung bei Kraftmaximum

s_{GES} Verformung bei 50%igen Abfall der Kraft vom Kraftmaximum

Zusätzlich wurde noch die Verformungsdifferenz Δs aus Bruchverformung s_B und Verformung bei Maximalkraft s_M gebildet, um die Verformung nach dem Erreichen des Kraftmaximums separat zu beschreiben.

- **Energie E [J]:** für Verformung und Durchstoßung des Probekörpers bis zu einer Verformung s aufgewendete Energie (über Kraftintegral)

E_{MAX} aufgewendete Energie bis zum Kraftmaximum

E_{GES} Durchstoßenergie, entspricht Energie bis zu F_{50}

In Analogie zur Verformung wurde noch die Energiedifferenz ΔE aus Bruchenergie E_{GES} und der Energie bei Maximalkraft E_{MAX} gebildet, um die Energiebeträge nach dem Erreichen des Kraftmaximums separat zu beschreiben.

Die Lage der Messpunkte im Kraft-Verformungsdiagramm ist in **Abb. 3.7** dargestellt.

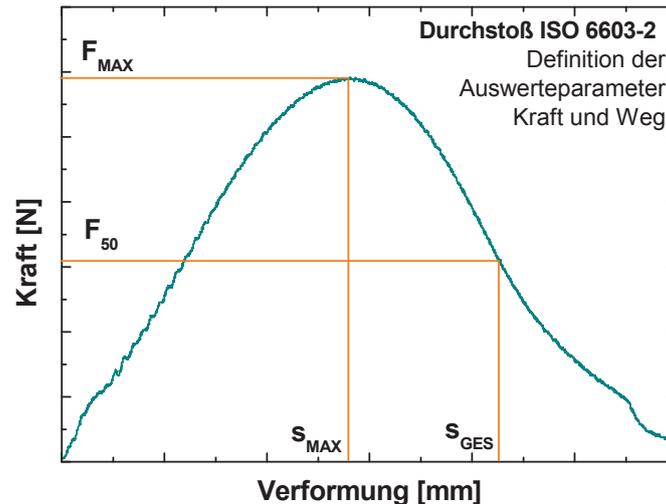


Abb. 3.7: Lage der Auswerteparameter Kraft und Verformung beim instrumentierten Durchstoßversuch

Schädigungsklassifizierung

Die aus dem Durchstoßversuch eruierten Kraft-Verformungs-Kurven werden nach Norm in insgesamt 4 verschiedene Versagenstypen eingeteilt. Die Beurteilung der Messkurven und Bruchfragmente erfolgt nach Norm aus einer gemeinsamen Sicht heraus, deswegen wurden in dieser Arbeit die Messkurven und die Bruchfragmente separat nach diesen Vorgaben bewertet.

- **No yielding (NY)** – Schädigung ohne Fließen und instabiler Rissbildung
- **Yielding followed by unstable cracking (YU)** – Schädigung durch Fließen mit anschließender instabiler Rissbildung
- **Yielding followed by stabile cracking (YS)** – Schädigung durch Fließen mit anschließender zumindest teilweiser stabiler Rissbildung
- **Yielding followed by deep drawing (YD)** – Schädigung durch Fließen mit anschließendem Tiefziehen

In **Abb. 3.8** sind sämtliche Versagensformen durch Kraft-Verformungskurven dargestellt. Diese Messkurven entstammen bereits durchgeführten Messungen und geben die normtypischen Charakteristika der Versagensformen wider. Anhand dieser Einteilung wurden sämtliche Messkurven der instrumentierten Durchstoßprüfung ausgewertet. Versagensformen durch Fließvorgänge werden grundsätzlich durch (gering) abfallende Kraftwerte beim Kraftmaximum ersichtlich. Die Bildung von Rissen wird grundsätzlich durch plötzlichen Kraftabfall charakterisiert.

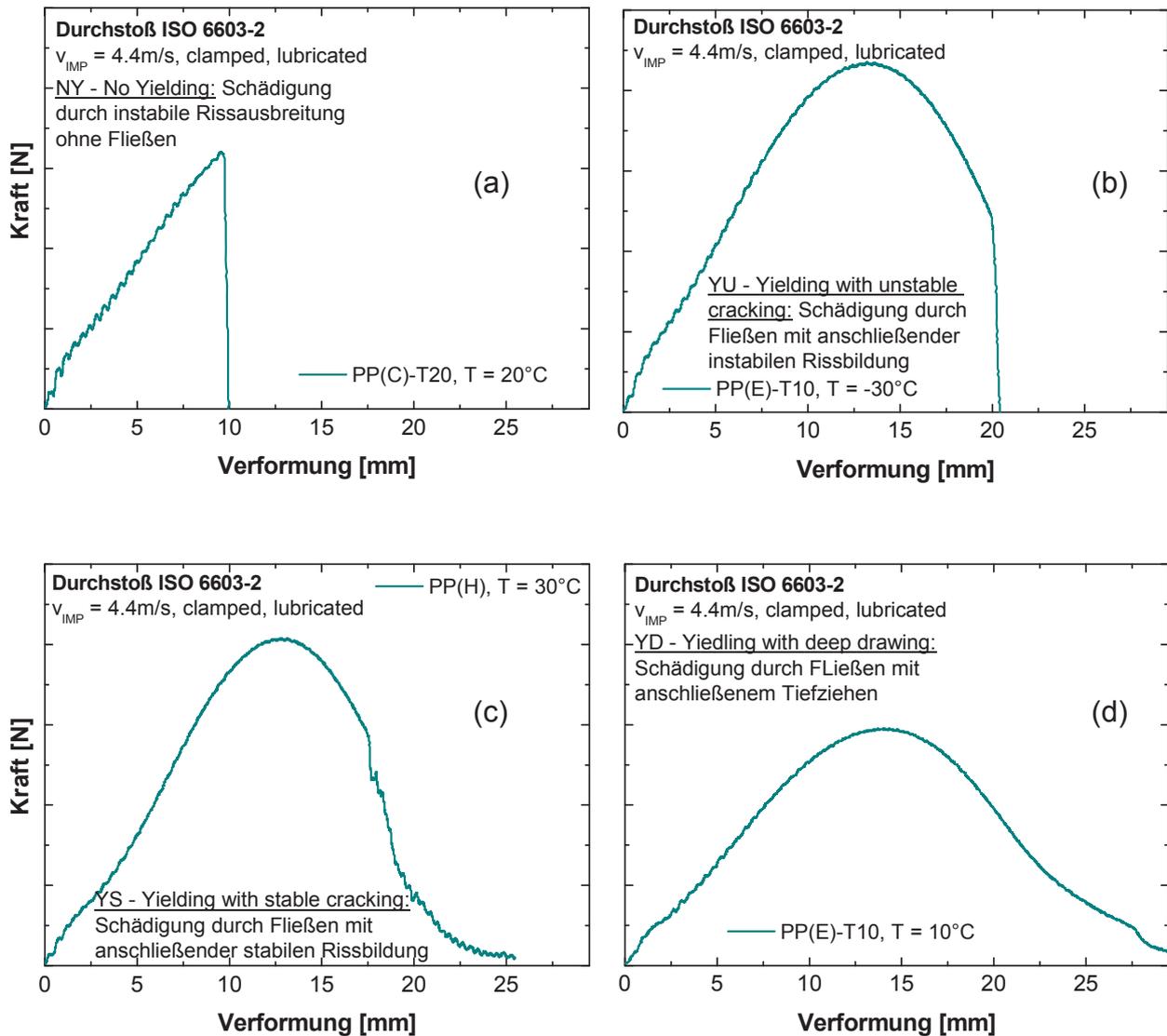


Abb. 3.8: Kraft-Verformungs-Diagramme für Bestimmung der Schadenstypen (a) „NY – no yielding“, (b) „YU – yielding with unstable cracking“, (c) „YS – yielding with stable cracking“ und (d) „YD – yielding with deep drawing“

Einen reinen Sprödbbruch stellt **Abb. 3.8 (a)** dar, dessen Kennzeichen ein fehlender Fließbereich und instabiles Risswachstum sind. Beim instabilen Bruchtyp in **Abb. 3.8 (b)** breitet sich der Riss schlagartig aus, was durch den plötzlichen Kraftabfall bis zur Abszisse ersichtlich wird. Stabiles Risswachstum des YS-Bruchtyps in **Abb. 3.8 (c)** ist durch plötzlichen Kraftabfall, der jedoch nicht durchgehend bis zur Abszisse durchläuft, gekennzeichnet. Die Bedingung dieses Merkmales liegt in einer material-spezifischen Belastungsgrenze, ab der Bildung und Wachstum spontan ablaufen, sobald eine kritische Belastung (Deformation) überschritten wird. Bei Unterschreiten dieser Belastungsgrenze stoppen diese Vorgänge abrupt. Ein völlig duktilen Verhalten zeigt **Abb. 3.9 (d)**. Durch Fließvorgänge kommt es im Durchstoßbereich zu groß-

volumigen plastischen Verformungen. Das Bruchbild zeigt keinerlei Rissbildung, jedoch können im Flankenbereich besondere Deformationen beobachtet werden, deren Ursache im Durchdringen des Durchstoßkörpers liegen (Überstreckungsgebiet gleicht einem Riss). Dieser Vorgang ist ebenfalls in der Messkurve ersichtlich.

3.4 Charakterisierung der Spröd/Zäh-Übergänge

Die Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur erfolgte aufgrund der instrumentierten Messungen durch Auswertung von verschiedenen Parametern. Grund für diese Erweiterung war das Fehlen einer einheitlichen Definition zur Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs. Wie in Abschnitt 2.2 erwähnt, ergaben sich in dieser Recherche immer wieder gewisse Vorgaben von Autoren, die jedoch nur in Zusammenhang mit ihren Ergebnissen funktionierten. So waren die Bestimmungen der Übergangstemperatur mithilfe dieser Theorien nur hilfreich bei sehr steilen Übergängen. In dieser Arbeit wurden jedoch auch zum Teil sehr flache Verläufe festgestellt. Somit war eine Bestimmung mit diesen bekannten Auswertemethoden nicht mehr eindeutig möglich. Aus diesem Grund wurden Methoden gesucht, um Veränderungen im Übergangsbereich besser zu quantifizieren und aus den instrumentierten Daten abzulesen. Dazu wurden Merkmale untersucht, die grundlegend auf eine Zähigkeitsänderung hinwiesen. Neben der bekannten Auswertemethode der Schlagzähigkeiten oder Durchstoßenergien wurde auch noch die Möglichkeit der Bestimmung aus den Verformungen ausgearbeitet, wie sie bereits von Maurer [4] durchgeführt wurde. Bei diesen Methoden wurde auch die Übergangsbreite vom Ende der Tieflage bis zum Beginn der Hochlage betrachtet. Auch aus der Auswertung von Energie und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum wurden entsprechende Übergänge bestimmt. Desweiteren wurden die Ergebnisse der Messkurven- und Bruchbilderauswertung herangezogen, um mögliche Kriterien für eine Bestimmung zu eruieren.

3.4.1 Temperaturabhängigkeit der Schlagzähigkeit bzw. Durchstoßenergie

Diese „energetische“ Betrachtungsweise für die Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur basiert auf einem integrativen Ansatz, indem die für das Versagen benötigte Energie aus dem Integral von Kraft und Weg berechnet wird. Dazu wurden sämtliche Rampenversuche der Schlagbiege- und Durchstoßprüfung nach den in Abschnitt 3.3 detaillierten Auswerteparametern analysiert und die Energiewerte bestimmt. Als nächsten Schritt wurden die auf diesem Wege eruierten Schlagzäh-

higkeits- und Durchstoßenergiewerte über der Temperatur aufgetragen. Die Bestimmung der Übergangstemperatur $T_{S/Z}^E$ erfolgte nach eigens gewählter Definition aus dem arithmetischen Mittelwert dieser bestimmten Energien, bei denen zuvor ein lokales Minimum und lokales Maximum bestimmt wurde. Somit wurde ein Vergleich der beiden Prüfmethoden anhand dieser Definition des Spröd/Zäh-Übergangs möglich. Um dennoch die gesamte Bandbreite des Übergangsbereiches darstellen zu können, wurde in einem weiteren Schritt der gesamte Temperaturbereich von lokalem Minimum bis zum lokalen Maximum eruiert und zusätzlich zu der vorher bestimmten Spröd/Zäh-Übergangstemperatur ausgewertet (**Abb. 3.9**).

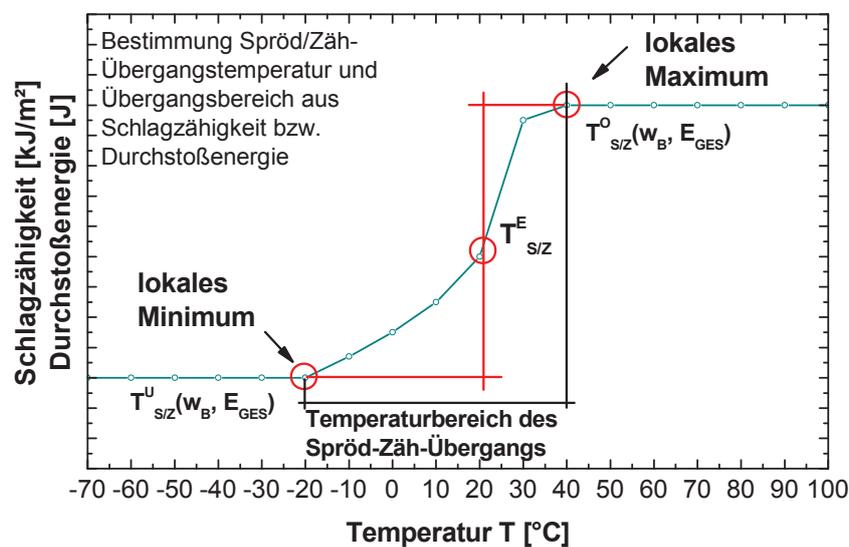


Abb. 3.9: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur $T_{S/Z}^E$ aus Schlagzähigkeit und Durchstoßenergie und Bestimmung Übergangsbereich $T_{S/Z}^{U,O}(w_B, E_{GES})$ aus lokalen Minima und Maxima

Bei der Bestimmung der Übergangstemperatur wurde auf den reinen arithmetischen Mittelwert der Temperatur verzichtet, da dieser Wert nicht den tatsächlichen Energiebeitrag wiedergibt, sondern den Mittelwert zwischen der beiden Temperaturen, an dem sich das lokale Minimum und das lokale Maximum befinden.

3.4.2 Temperaturabhängigkeit der Verformungen

In Analogie der Auswertemethode der Schlagzähigkeit und Durchstoßenergie (vgl. Abschnitt 3.4.1) wurde ebenfalls aus den Verformungen eine Spröd/Zäh-Übergangstemperatur bestimmt. Dazu wurden die erhaltenen Ergebnisse der Gesamtverformung über der Temperatur aufgetragen. Die Bestimmung der Übergangstemperatur $T_{S/Z}^S$ erfolgte erneut nach eigener Definition aus dem arithmetischen Mit-

telwert dieser Verformungen, bei denen zuvor ein lokales Minimum und lokales Maximum bestimmt wurde. Auch in diesem Fall wurde somit ein Vergleich aufgrund der einheitlichen Definition des Spröd/Zäh-Übergangstemperatur möglich. Um dennoch die gesamte Bandbreite des Übergangsbereiches darstellen zu können, wurde in einem weiteren Schritt der gesamte Temperaturbereich von lokalem Minimum bis zum lokalen Maximum eruiert und zusätzlich zu der vorher bestimmten Spröd/Zäh-Übergangstemperatur ausgewertet (**Abb. 3.10**).

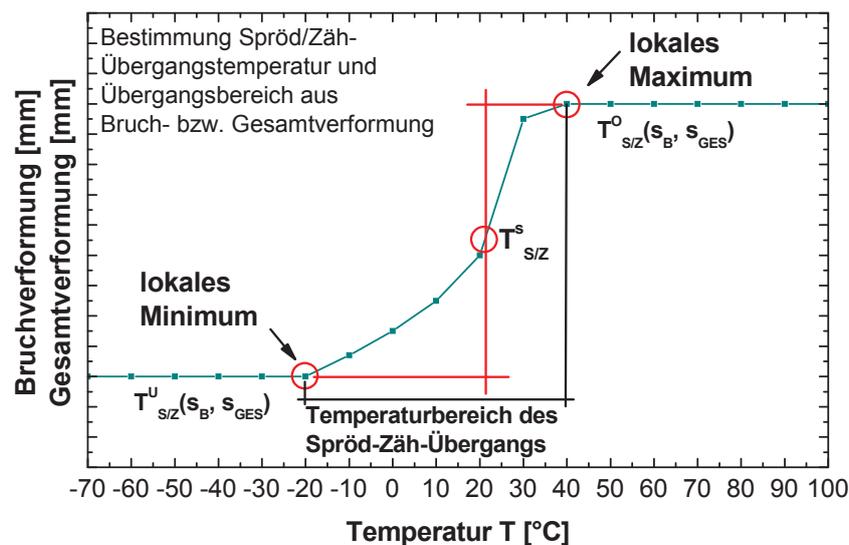


Abb. 3.10: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur $T^s_{S/Z}$ aus der Verformung und Bestimmung Übergangsbereich $T^{u,o}_{S/Z}(s_B, s_{GES})$ aus lokalen Minima und Maxima

3.4.3 Temperaturabhängigkeit der Energie und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum

Eine weitere Methode zur Charakterisierung des Spröd/Zäh-Übergangs wurden die Differenzen von Bruch- bzw. Durchstoßenergie und der Energien am Kraftmaximum gebildet. Dies beruhte ebenfalls auf einer Annahme, dass duktiles Verhalten, was in diesem Fall Bruchversagen durch Fließen beinhaltete, erst nach dem Kraftmaximum auftritt. Somit ist jeder Energiebetrag nach dem Kraftmaximum ein Anzeichen dafür, dass Fließen stattfindet. In **Abb. 3.11** ist das Verfahren zur Bestimmung der Übergangstemperatur dargestellt. Erneut ist aber, wie in Abschnitt 3.5.2 (Punkt 4) bereits beschrieben wurde, zu beachten, dass die Gesamtverformung bei Durchstoßversuchen nicht die gesamte Messkurve beinhaltet, sondern dieser Punkt durch den 50% Abfall der Kraft vom Maximum definiert ist. Nachdem aus den eruierten Messwerten diese Differenzen gebildet und diese Ergebnisse über der Temperatur aufgetragen

wurden, erkannte man eine Änderung in den Verläufen, die in ihrer Tieflage als Übergangstemperatur $T_{S/Z}^{\Delta E}$ bestimmt. Diese Methodik sollte ein Kriterium für die Versagensform definieren, in welcher die duktilen Bruchanteile dominieren und somit eindeutig auf einen Übergang hingewiesen werden kann.

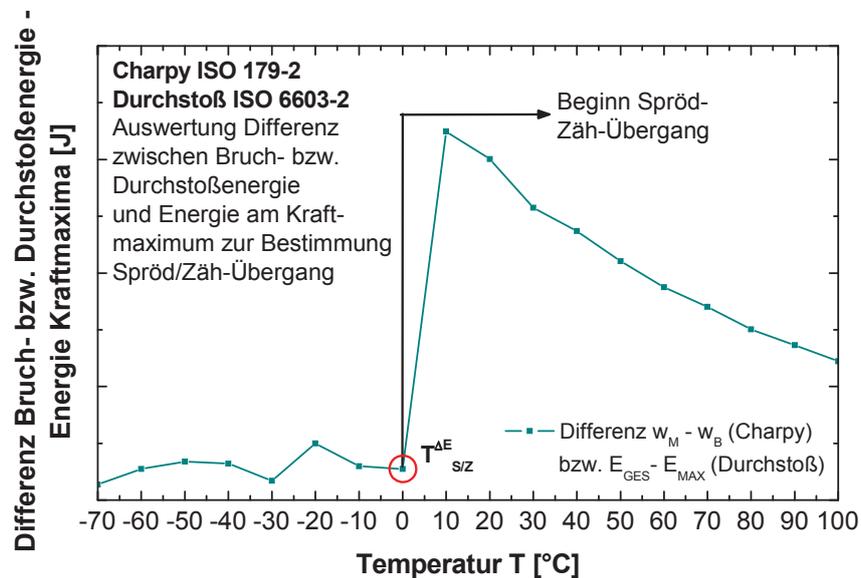


Abb. 3.11: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs $T_{S/Z}^{\Delta E}$ durch Auswertung der Differenz von Bruch- bzw. Gesamtenergie und Energie am Kraftmaximum

Eine weitere Methode zur Bestimmung einer Spröd/Zäh-Übergangstemperatur ergab sich durch Auswertung der Bruch- bzw. Gesamtverformung in Bezug auf die Verformung beim Kraftmaximum. Es wurde angenommen, dass plastische Verformung erst nach dem Kraftmaximum stattfindet. Da es bei sprödem Verhalten keine oder nur eine sehr geringe Verformung nach dem Kraftmaxima gibt (und integrativ auch somit einen geringen Energiebeitrag), hat sich hier ebenfalls die Frage gestellt, inwieweit dieses Kriterium für die Charakterisierung des Spröd/Zäh-Übergang sich eignet.

Zuerst wurden von jeder Messkurve die Verformung bei Kraftmaxima und die Gesamtverformung bestimmt. Erneut ist jedoch, wie in Abschnitt 3.5.2, (Punkt 4) bereits beschrieben, zu beachten, dass die bei der Durchstoßprüfung eruierte Verformung als jene bei 50% Kraftabfall vom Maximum definiert ist und nicht die Gesamtverformung des Prüfkörpers. Dieser Einfluss wirkt sich jedoch nicht bei Sprödbrüchen aus. In diesem Falle entspricht die Gesamtverformung in etwa der Verformung bei den Kraftmaxima. In einem weiteren Schritt wurde die Differenz von Gesamtverformung und Verformung am Kraftmaximum gebildet. Diese Werte wurden über der Tempera-

tur aufgetragen. Sobald nun die Gesamtverformung größer ist als die Verformung am Kraftmaximum, erleidet der Prüfkörper eine plastische Deformation, die auf duktiles Verhalten hinweist. Als Spröd/Zäh-Übergang $T_{SIZ}^{\Delta s}$ wurde nun jene Grenze definiert, an der diese Differenz größer als null wurde. In **Abb. 3.12** ist das Verfahren zur Bestimmung dieser Übergangstemperatur dargestellt.

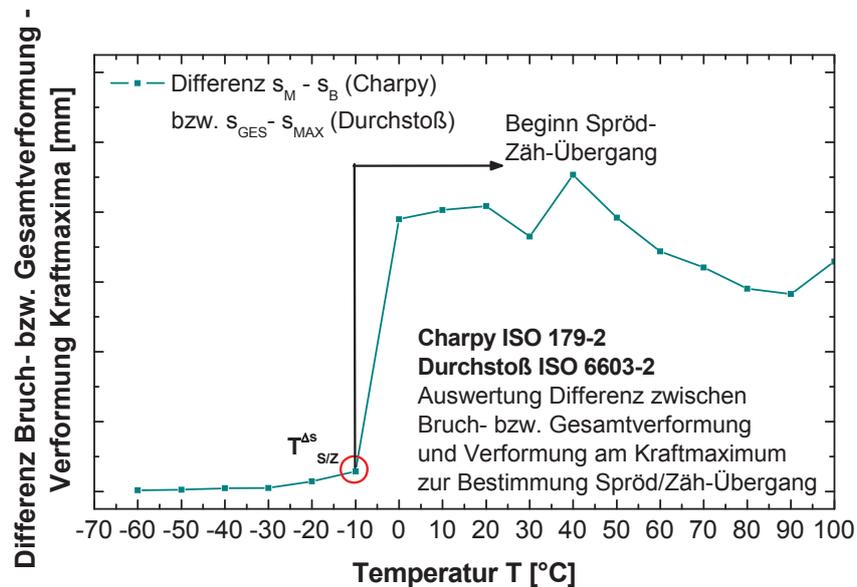


Abb. 3.12: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs $T_{SIZ}^{\Delta s}$ durch Auswertung der Differenz von Bruch- bzw. Gesamtverformung und Verformung am Kraftmaximum

3.4.4 Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus den Auswertungen der Bruchbilder und Messkurven

Bei sämtlichen Versuchen der beiden Prüfmethoden wurden sowohl die Bruchbilder als auch die Messkurven anhand der normativen Vorgaben bewertet. Somit stellte sich die Frage, ob bei Auftragung dieser Ergebnisse über der Temperatur ebenfalls eine Charakterisierung des Spröd/Zäh-Übergangs möglich war. Nach Auswertung der erhaltenen Ergebnisse waren Unterschiede in der Bruchbild- und Kurvenauswertung ersichtlich. Beim Schlagbiegeversuch wurden die Kurven nach EN ISO 179-2 in 5 verschiedene Kategorien eingeteilt, die Bruchbilder jedoch nach EN ISO 179-1 in nur vier Kategorien. Beim Durchstoßversuch lag keine vollständige Übereinstimmung vor allem im Übergangsbereich zwischen Bruchbild- und Kurvenauswertung vor. Aufgrund dessen wurden sämtliche Ergebnisse der Bruch- und Kurvenauswertung eines Rampenversuchs über der Temperatur aufgetragen. In **Abb. 3.13** und **Abb. 3.14** wird die Methodik grundlegend bei der Schlagbiegeprüfung und bei der Durchstoßprüfung anhand von je einem Beispiel dargestellt.

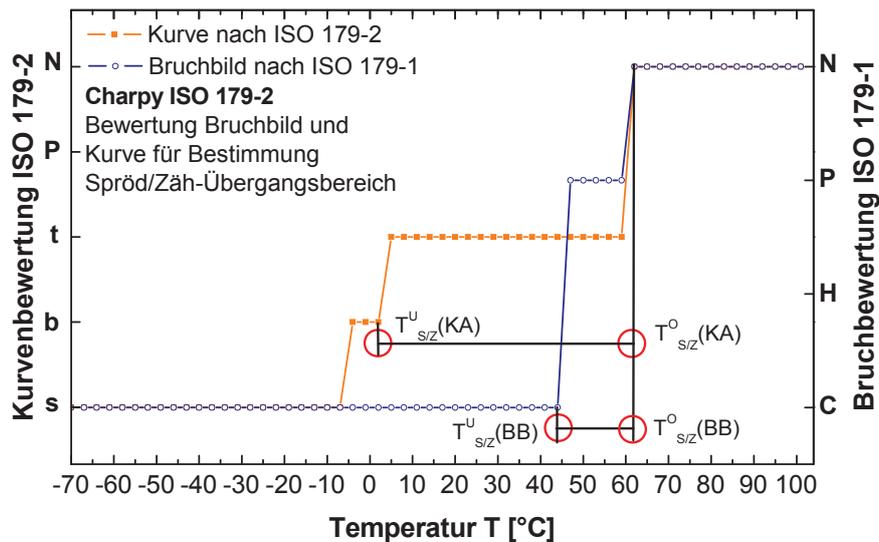


Abb. 3.13: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs beim Schlagbiegeversuch durch Auswertung der Beurteilung von Bruchbilder und Messkurven

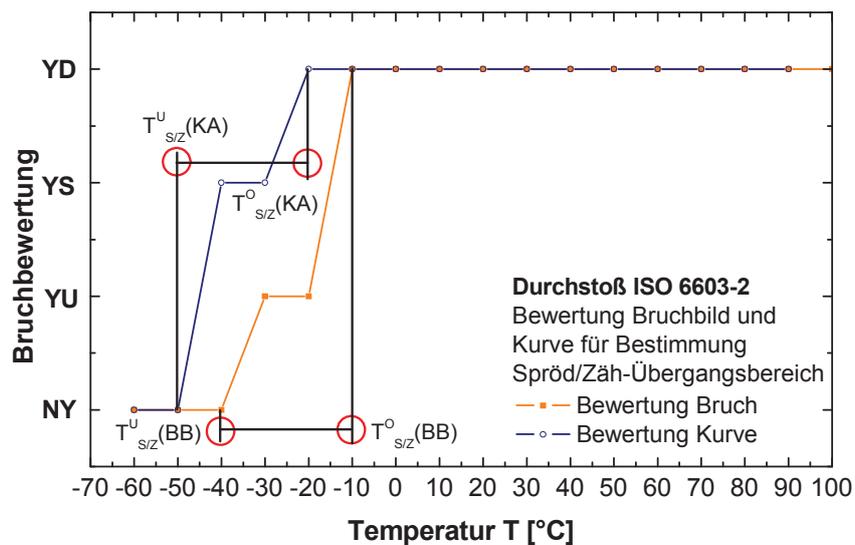


Abb. 3.14: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs beim Durchstoßversuch durch Auswertung der Beurteilung von Bruchbilder und Messkurven

Die Definition des so erhaltenen Spröd/Zäh-Übergangsbereichs wurde so formuliert, dass bei der Änderung des Bruchverhaltens zu duktilen Brüchen ein Übergang stattfindet. Die untere Grenze $T_{s/z}^U$ wurde als Sprödbbruch beim Schlagbiegeversuch („Brittle Break“, „Splintering Break“ der Kurvenauswertung, „Complete Break“, „Hinge Break“ bei Bruchbildauswertung) und beim Durchstoßversuch („No yielding“ - NY in Bruchbild- und Kurvenauswertung) definiert. Die obere Grenze $T_{s/z}^O$ wurde beim Erreichen von „No Break“ Bruchtypen beim Charpy-Versuch oder bei „YD“ Bruchtypen beim Durchstoßversuch definiert. Diese Auswertemethodik wurde jedoch nur an Ver-

suchen von ungekerbten und gekerbten Schlagbiegeproben sowie an ungekerbten Durchstoßplatten durchgeführt.

3.5 Versuchsprogramm

3.5.1 Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur

Mit dieser Arbeit soll auf die Problematik und auf Schwierigkeiten bei der Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur hingewiesen werden. Deswegen wurde beim Versuchsprogramm darauf geachtet, ausreichend Ergebnisse für eine detaillierte Bestimmung dieser Übergangstemperatur zu generieren. Die **Tabellen 3.3 und 3.4** zeigen das gesamte Versuchsprogramm von instrumentierter Schlagbiege- und Durchstoßprüfung mit den verwendeten Temperaturbereichen und Temperaturschritten.

Tabelle 3.3: Versuchsplan für Schlagbiegeprüfung (CHARPY) für Spritzguss- (IM) und Pressplatten (CM)

in [°C]	Schlagbiegeprüfung					
	gekerbt			ungekerbt		
	Start	Ende	ΔT	Start	Ende	ΔT
PP(H) (IM)	-70	101	3	-70	101	3
PP(H) (CM)	-70	100	10	-70	100	10
PP(E)-T10	-70	101	3	-70	101	3
PP(C)-T20	-70	101	3	-70	101	3

Aufgrund der vollautomatisierten Prüfmaschinen war es trotz zeitintensiver Vorbereitung der Probekörper und Auswertung der erhaltenen Ergebnisse nun möglich, sämtlich Prüfmaterialien in allen Variationen wie ungekerbt und gekerbt in unterschiedlichen Temperaturschritten zu prüfen.

Tabelle 3.4: Versuchsplan für Durchstoßprüfung für Spritzgussplatten (IM) und Pressplatten (CM)

in [°C]	Durchstoßprüfung					
	ungekerbt			alle Kerbformen		
	Start	Ende	ΔT	längs	quer	kreisf.
PP(H) (IM)	-60	100	10	-60	100	10
	-14	44	2			
PP(H) (CM)	-70	100	10	-60	100	10
PP(E)-T10	-60	100	10	-60	100	10
PP(C)-T20	-60	100	10	-60	100	10

3.5.2 Bestimmung von Abhängigkeiten und Einflussfaktoren

Für eine grundlegende Betrachtung und Bewertung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur war es notwendig, mögliche Einflussfaktoren zu finden und zu analysieren. In einer umfangreichen Recherche (vgl. Kap. 2) sind insgesamt vier Besonderheiten aufgefallen, die im Folgenden kurz dargestellt werden.

Instrumentierter Schlagbiegeversuch: Abhängigkeit des Inertial Peaks von der Auftreffgeschwindigkeit des Pendelhammers

Der Inertial Peak bezeichnet im Schlagbiegeversuch jenes erste Kraftmaximum einer Kraft-Verformungskurve, an der aufgrund der Beschleunigung des Probekörpers der Pendelhammer kurz den Kontakt zu diesem verliert (**Abb. 3.15**). Dieses Kraftmaximum F_I ist nun abhängig von der Kontaktmasse und der Kontaktsteifigkeit und steigt mit zunehmender Auftreffgeschwindigkeit des Pendelhammers ungefähr linear an. Aufgrund der maschinellen Möglichkeit, dieses Phänomen, das Maurer und Breuer [34] erstmalig genauer untersuchten, ebenfalls zu erörtern, wurde eine Auswertung des Inertial Peaks aus instrumentierten Schlagbiegeversuchsdaten vorgenommen. Dazu wurden die Inertial Peak Kraftdaten über der Auftreffgeschwindigkeit des Pendelhammers auf den Probekörper aufgetragen und mit den Ergebnissen der Arbeit [34] verglichen.

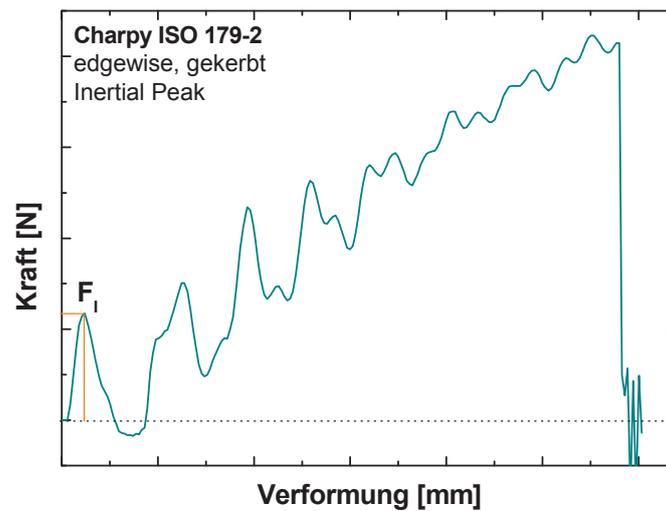


Abb. 3.15: Kraft-Verformungs-Diagramme für Bestimmung des Inertial Peaks

Instrumentierter Schlagbiegeversuch: Einfluss der Wahl des Pendelhammers auf die Bruchenergie

Nach EN ISO 179-1 ist für die Wahl des Pendelhammers die beim Versuch absorbierte Energie entscheidend. Diese muss nach dieser Vorgabe zwischen 10% und 80% liegen. Desweiteren soll immer der Pendelhammer mit der höchsten Energie verwendet werden. In dieser Arbeit wurden sämtliche Materialien in Vorversuchen für die Bestimmung einer einheitlichen Hammerenergie des instrumentierten Versuchs des temperaturgeführten Rampenversuchs auf einem nichtinstrumentierten Pendelschlagwerk geprüft. Dies war notwendig, da die Pendelenergie des instrumentierten Versuchs nur über dessen Auslenkwinkel bestimmt werden kann. Aus diesem Versuch heraus stellte sich die Frage, inwieweit diese beiden Schlagpendel korrelieren.

Somit konnte mit einer kleinen Erweiterung des Prüfumfanges das verwendete instrumentierte Schlagpendel mit einem herkömmlichen, nichtinstrumentierten Schlagpendel mit vollautomatischen Hammerwechsel (Firma HKE GmbH, Walzbachtal, D) verglichen werden. Bei letzterem hat jeder verwendete Pendelhammer eine definierte Energie bei einem fixen Auslenkwinkel. Die Auftreffgeschwindigkeit auf den Probekörper ist nur von der Pendellänge abhängig. Im Gegensatz dazu ist bei der instrumentierten Variante die Auftreffgeschwindigkeit vom Auslenkwinkel abhängig. Mit diesem Versuch wurde gezeigt, ob beide Schlagpendel bei Auswahl eines Pendelhammers (gleiche Energie beim Auftreffen auf Probekörper) auch gleiche Ergebnisse trotz unterschiedlicher Auftreffgeschwindigkeiten und Längen aufweisen. Dies wurde

bei Raumtemperatur sowohl mit gekerbten als auch mit ungekerbten Probekörpern aller verwendeten Prüfmaterialien durchgeführt. Die Auswertung bestand aus einem Vergleich der beiden Geräte einerseits nach der Bruchenergie in Joule andererseits nach der aufgewendeten Bruchenergie des Pendelhammers in %.

Instrumentierter Durchstoßversuch: Einfluss der Schmierung auf die Lage des Spröd/Zäh-Übergang

Bereits in [33] wurde auf die Notwendigkeit der Schmierung bei Durchstoßversuchen hingewiesen und Auswirkungen auf die Messergebnisse diskutiert. Um diese Abweichungen bei ungeschmierten Prüfungen nun zu quantifizieren, wurden in separaten temperaturgeführten, ungeschmierten Rampenversuchen mögliche Einflüsse auf die Spröd/Zäh-Übergangstemperatur bestimmt. Diese Ergebnisse wurden nach den Auswerteparametern für instrumentierte Durchstoßversuche bewertet und mit den Ergebnissen von geschmiert durchgeführten Versuchen verglichen.

Instrumentierter Durchstoßversuch: Einfluss der Lage von E_{GES} auf den Spröd/Zäh-Übergang

Der Titel dieser Arbeit bezieht sich auf die Möglichkeiten der Bestimmung und Lage des Spröd/Zäh-Übergangs bei Kunststoffen. Da aber mit den verbundenen Werkstoffprüfungen zwei unterschiedliche Methoden angewandt wurden, die integrativ zur benötigten Bruchenergie zu gelangen, stellte sich bereits zu Beginn die Frage, wie vergleichbar diese beiden Wege zur Generierung der benötigten Energie bis zum Erreichen des jeweiligen Versagenskriteriums sind. Die EN ISO 179-2, die Norm der Schlagbiegeprüfung, errechnet die Bruchenergie aus (nahezu) der gesamten Kurve (vgl. Abschnitt 3.3.1). Im Vergleich dazu verwendet die Norm des Durchstoßversuches, EN ISO 6603:2, einen Energiewert, der sich im Kraft-Verformungsdiagramm nur bis auf 50% Kraftabfall vom Kraftmaximum bezieht (vgl. Abschnitt 3.3.2). Durch Auswertung eines Rampenversuchs der Durchstoßprüfung wurde gezeigt, inwieweit bei einem Werkstoff durch Variation der Grenzen für die Bestimmung der Gesamtenergie die Lage der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur beeinflusst wird. Deswegen wurden für diese Untersuchung mehrere eigens definierte Punkte zur Energieberechnung festgelegt, welche in **Abb. 3.16** in einem Kraft-Verformungs-Diagramm dargestellt sind. In einem weiteren Schritt erfolgte die Auswertung der Messkurven für die Bestimmung der Durchstoßenergien. Die Ergebnisse der einzelnen Berechnun-

gen wurden gemeinsam in Diagrammen über der Temperatur aufgetragen und auf eine Veränderung der Lage des Spröd/Zäh-Übergangs hin untersucht.

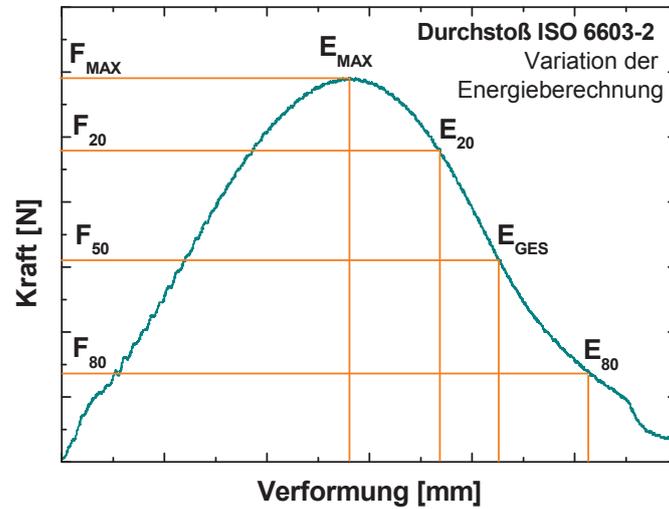


Abb. 3.16: Durchstoßversuch: Einfluss der Definition von Energiegrenzen auf den Spröd/Zäh-Übergang

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Spezielle prüf- und auswertemethodische Abhängigkeiten und Einflussfaktoren

Im folgenden Abschnitt dieser Arbeit werden die Ergebnisse der Untersuchung von Abhängigkeiten und Einflussfaktoren bei der Schlagbiegeprüfung und beim Durchstoßversuch dargestellt. Die Relevanz dieser ausgewerteten Parameter beruhte auf der Berücksichtigung und Kenntnis der zugrundeliegenden Prüf- und Auswertemethoden.

4.1.1 Instrumentierter Charpy-Versuch

Abhängigkeit des Inertial Peaks von der Auftreffgeschwindigkeit des Pendelhammers (CHARPY)

Aufgrund der Möglichkeit von instrumentierten Schlagbiegeprüfungen wurde anhand der in Abschnitt 4.4.2 beschriebenen Versuche der Inertial Peak bei gekerbten Prüfkörpern separat ausgewertet und diese Größe in Abhängigkeit der Auftreffgeschwindigkeit aufgetragen (**Abb. 4.1**).

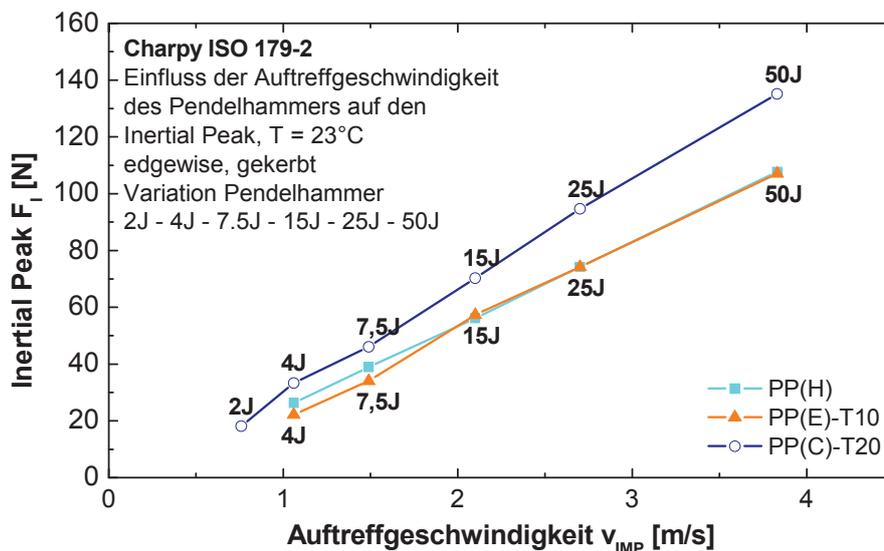


Abb. 4.1: Einfluss der Auftreffgeschwindigkeit des Pendelhammers auf den Inertial Peak in Abhängigkeit der Schlagenergie

In Analogie zu Maurer und Breuer [34] wurden ebenfalls ähnliche Übereinstimmungen gefunden. Obwohl diese nicht allgemein gültig sind, war auch hier ein Zusam-

menhang von E-Modul und Inertial Peak feststellbar. Der Werkstoff PP(C)-T20 mit einem deutlich höheren E-Modul wies größere Kraftwerte beim Inertial Peak auf. Die beiden anderen Materialien PP(H) und PP(E)-T10 hatten bei ähnlichen E-Modulen nahezu identische Werte. Weiters war auch die Steigung der Geraden in **Abb. 4.1** von PP(C)-T20 im Vergleich zu den beiden anderen Materialien etwas größer.

Obwohl nicht wie in [34] eine umfassende Betrachtung dieses Phänomens gewählt wurde, kann dennoch einigen der dort erwähnten Zusammenhänge beigepflichtet werden. Eine nahezu proportionale Steigung des Inertial Peaks in Abhängigkeit der Auftreffgeschwindigkeit wurde ebenso festgestellt wie die Abhängigkeit der Steigung dieser erhaltenen Geraden von der Steifigkeit des verwendeten Materials.

Einfluss der Wahl des Pendelhammers auf die Bruchenergie (CHARPY)

Alle Prüfungen dieser Versuchsreihe wurden mit spritzgegossenen gekerbten sowie ungekerbten Prüfkörper aller Materialien sowohl am instrumentierten als auch am nichtinstrumentierten Schlagpendel durchgeführt. Die Pendelhämmer an beiden Prüfmaschinen erreichten die Schlagenergie entweder durch verschiedenen Hämmermassen bei gleichem Auslenkwinkel (nichtinstrumentiert) oder durch unterschiedliche Auslenkwinkel bei gleicher Pendelmasse (instrumentiert). Die nichtinstrumentierte Variante verwendete Pendellängen von 225 mm bei den 0,5 bis 4 J Pendelhämmer und 390mm bei den 15 bis 50 J Pendelhämmer. Die Auftreffgeschwindigkeit war durch die Pendellänge und den Auslenkwinkel vorgegeben. Die instrumentierte Variante verwendete einen Pendelhammer mit 400 mm Länge, dessen Schlagenergie rein über den Auslenkwinkel bestimmt werden konnte. Die Auftreffgeschwindigkeit variierte je nach Auslenkwinkel zwischen 0,38 und 3,83 m/s. Eine Übersicht der verwendeten Parameter für die Versuchdurchführung zeigt **Tabelle 4.1**.

Aus den Auswertungen der Versuche mit gekerbten und ungekerbten Prüfkörpern wurde großteils ersichtlich, wie gering der Einfluss der Pendelhämmer bei deren richtiger Wahl der Schlagenergie auf die Bruchenergie ist. Diese Bruchenergien (und somit auch die (Kerb-)Schlagzähigkeit) änderten sich nur in geringem Maße. Das spiegelt auch den Hinweis der normativen Vorgabe der ISO 179-1 wieder, die auf Verwendung des größtmöglichen Pendelhammer abzielt. Die aus diesen Versuchen generierten Messwerte sind in den **Abb. 4.2** für die gekerbten Prüfkörper und in **Abb. 4.3** für die ungekerbten Prüfkörper ausgewertet. In dieser Darstellungsweise wurde einerseits die Bruchenergie in Joule andererseits die aufgewendete Bruchenergie

des Pendelhammers in % berücksichtigt. Ein ähnlicher Vergleich wurde bereits in [35] durchgeführt, jedoch wurden darin instrumentierte Izod-Daten mit konventionellen Izod-Daten und Charpy-Daten verglichen.

Tabelle 4.1: Auflistung der Pendelhammer-Energie im Vergleich von nichtinstrumentierter und instrumentierter Variante

Hammer Energie [J]	ISO 179-1		ISO 179-2 instrumentiert	
	Geschwindigkeit Aufschlag [m/s]	Auslenkwinkel Pendel [°]	Geschwindigkeit Aufschlag [m/s]	Auslenkwinkel Pendel [°]
0,5	2,93	160	0,38	11,1
1	2,93	160	0,52	15,7
2	2,93	160	0,76	22,3
4	2,93	160	1,06	31,8
7,5	3,85	160	1,48	44
15	3,85	160	2,1	64
25	3,85	160	2,7	86,4
50	3,85	160	3,83	150,8

Beim Werkstoff PP(H) mit gekerbten Proben wurde dies ab einer Pendelgröße von 15 J ersichtlich: die geringer werdende, benötigte Schlagenergie der Pendelhammer bis zum Bruch der Probekörper hatte nahezu keinen Einfluss auf die Bruchenergien. Diese Werte blieben relativ konstant. Der Hinweis zur Verwendung des größtmöglichen Pendelhammers zeigte sich bei Betrachtung der benötigten Pendelenergie. Bei Verwendung von 4 J Schlagenergie wurde ein entsprechend hoher Anteil für den Bruch benötigt. Im Vergleich der beiden Prüfmaschinen wies die instrumentierte Variante dabei einen geringeren Energiewert auf und die errechneten Messwerte der Bruchenergie unterschieden sich. Wurde jedoch der größerer Pendelhammer für diese Prüfung auf beiden Maschinen verwendet, was nach dieser Auswertung der 15 J Hammer ist, gibt es nahezu keine Unterschied im Ergebnis.

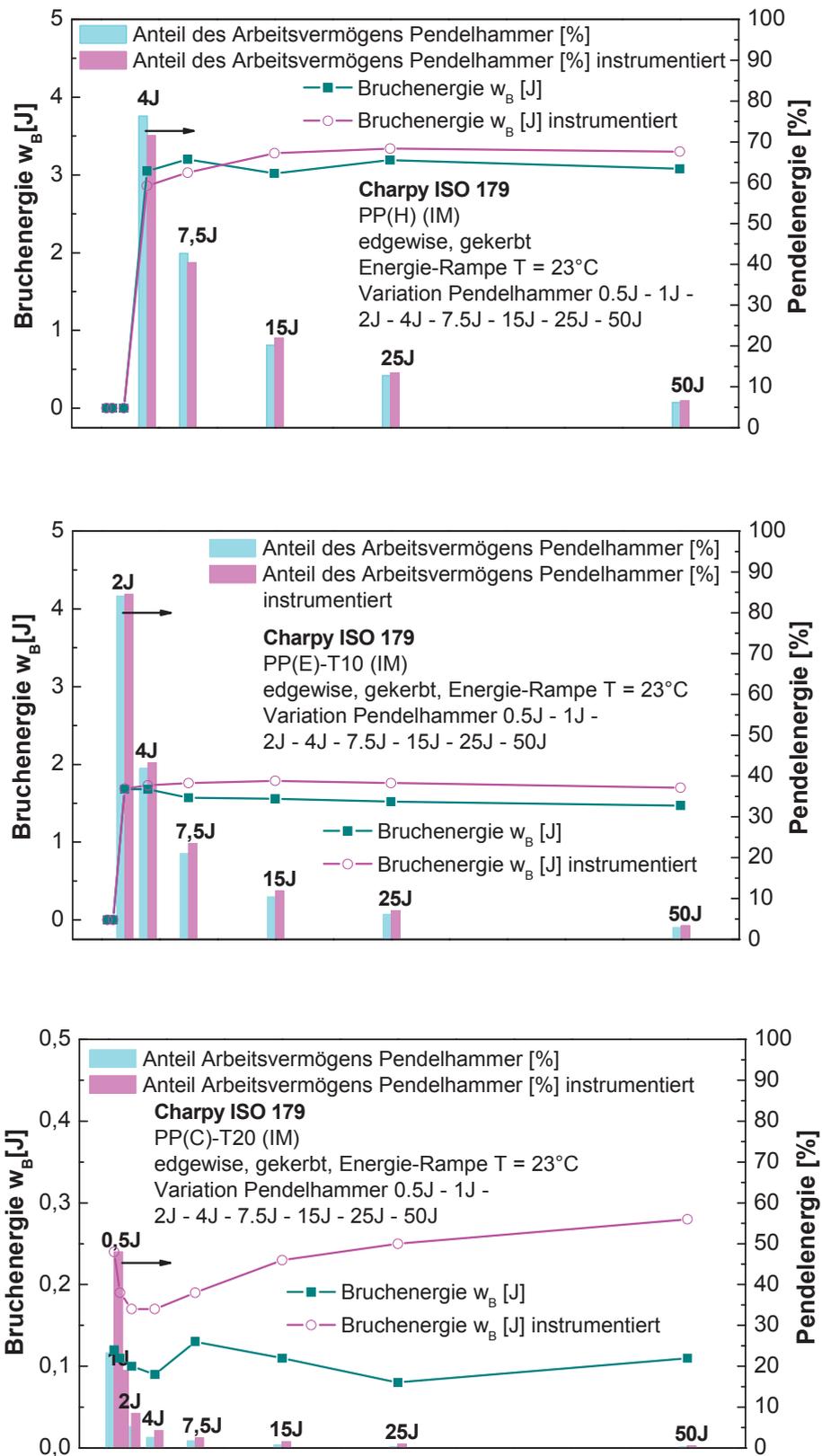


Abb. 4.2: Einfluss der Wahl des Pendelhammers auf die Bruchenergie bei gekerbten Prüfkörper (Säulendiagramm gibt aufgewendete Pendelenergie in %, Punkt-Liniendiagramm die Bruchenergie in Joule wieder)

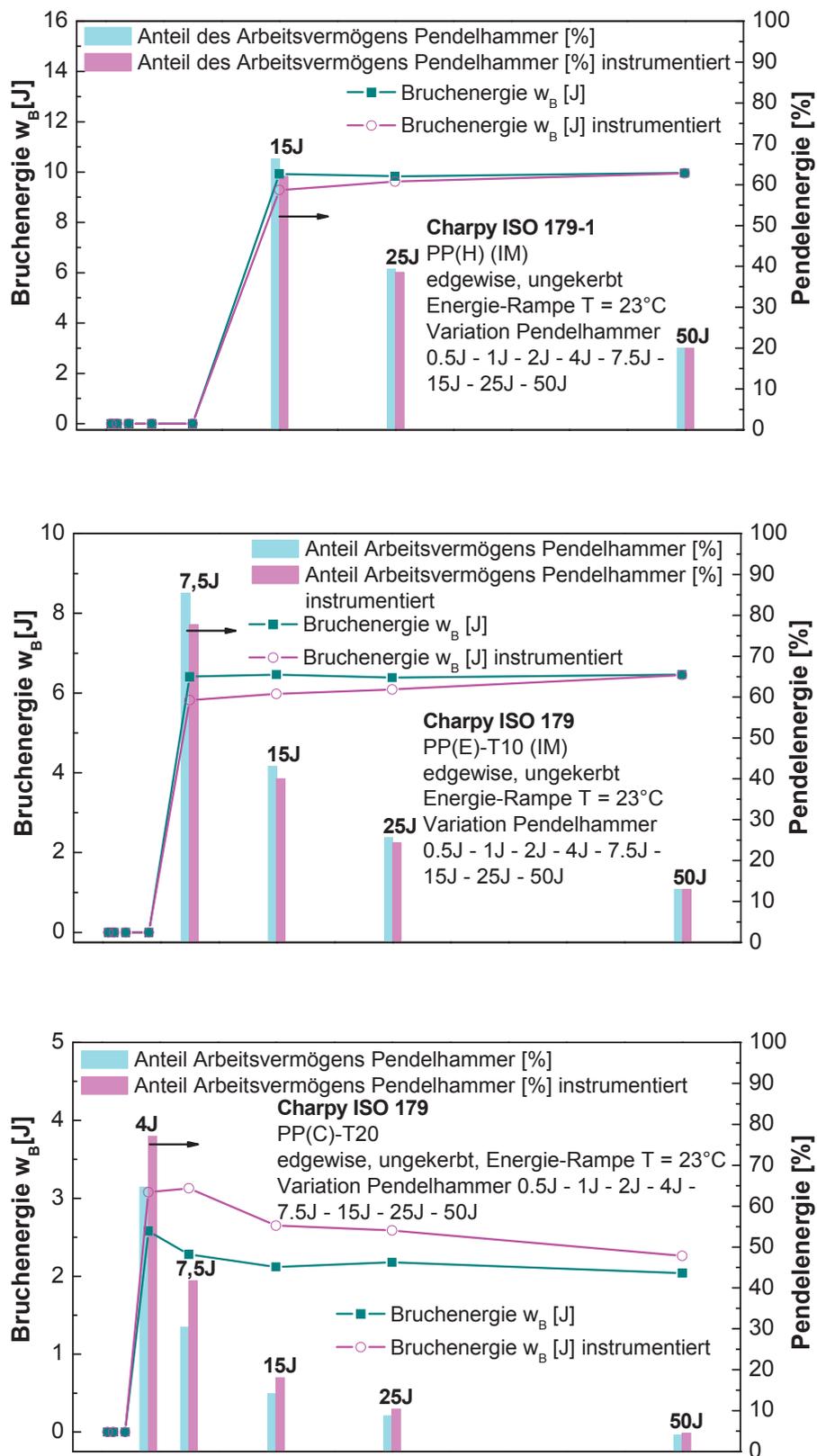


Abb. 4.3: Einfluss der Wahl des Pendelhammers auf die Bruchenergie bei ungekerbten Prüfkörper (Säulendiagramm gibt aufgewendete Pendelenergie in %, Punkt-Liniendiagramm die Bruchenergie in Joule wieder)

Besser ersichtlich war diese Charakteristik beim Werkstoff PP(E)-T10. Sobald genügend Schlagenergie für den Bruch des Werkstoffes zur Verfügung stand, blieben die Bruchenergien der Probekörper im Vergleich der beiden Prüfmaschinen auf nahezu konstantem Niveau. Erst bei großen Schlagenergien kam es zu einem leichten Absinken der Messwerte, da die benötigte Pendelenergie bis zum Bruch auf unter 10% der Schlagenergie abfiel. Dies war jedoch auf Messungenauigkeiten und Auflösungsgrenzen der Messeinheit bei nur sehr geringen Bruchenergien zurückzuführen.

Große Auswirkungen hatte dieser Umstand bei sehr spröden Materialien wie dem PP(C)-T20 mit kleinen Kerbschlagzähigkeitswerten. Aufgrund der geringen Bruchenergie war die Differenz der beiden Prüfmaschinen bereits bei kleinen Schlagenergien größer. Mögliche Ursachen in den instrumentierten Versuchen lagen in den geringen Auslenkwinkeln bei kleinen Pendelenergien und den geringen Bruchenergien. Bei den nichtinstrumentierten Versuchen hingegen erkannte man eine gewisse Abhängigkeit von der Pendellänge. Die Änderung der Pendellänge zwischen dem 4 J und 7,5 J Pendelhammer verursachte einen Sprung in den Bruchenergien.

Die ungekerbten Versuche in **Abb. 4.3** ergaben ähnliche Ergebnisse im Vergleich zu den gekerbten Versuchen. Beim Werkstoff PP(H) waren die Energiewerte ab dem 15 J Pendelhammer auf ähnlichen Niveaus und blieben nahezu konstant. Somit erfüllen alle Pendelenergie, die zum Bruch des Probekörpers führen, die Vorgaben der Norm (Bruchenergie zwischen 10 und 80% der Pendelenergie) und zeigen auch nahezu gleiche Werte. Nahezu dasselbe Verhalten wurde beim Werkstoff PP(E)-T10 festgestellt, wobei jedoch die instrumentierte Variante geringere Werte im Vergleich zum nichtinstrumentierten Versuch aufwies. Der Werkstoff PP(C)-T20 zeigte wiederum Abweichungen der instrumentierten Prüfung ähnlich die gekerbten Versuche. Die Unterschiede zwischen den beiden Prüfmethode waren vor allem bei kleinen Pendelenergien deutlich ersichtlich. Ab dem 15 J Pendelhammer blieben die Ergebnisse auf ähnlichen Niveaus und blieben nahezu konstant.

Mithilfe dieser Ergebnisse konnte eine relativ gute Korrelation der beiden Prüfmethode (instrumentiert vs. nichtinstrumentiert) nachgewiesen werden. Einzig bei der Bestimmung der Pendelenergie der instrumentierten Variante durch den Auslenkwinkel ergaben sich geringfügige Abweichungen. Diese traten vor allem bei niedrigen Bruchenergien und geringen Auslenkwinkeln auf. Aus diesem Grund sind bei diesen Versuchen höhere Pendelenergien zu wählen.

4.1.2 Instrumentierter Durchstoßversuch

Einfluss der Schmierung auf die Lage des Spröd/Zäh-Übergangs

Um den Einfluss von ungeschmierten Durchstoßversuchen auf die Spröd/Zäh-Übergangstemperatur zu eruieren, wurden mit spritzgegossenen, ungekerbten Probekörpern aller Materialien Versuche durchgeführt und mit den Auswerteparametern der normativen Vorgaben bewertet. Da aber aufgrund des Versuchsaufbaus Eis- und Taubildung unterhalb der Raumtemperatur nicht vermieden werden konnte, sind diese Versuche und deren Ergebnisse rein auf die verwendete Prüfmaschine zu beziehen und lassen somit keine allgemeinen Schlussfolgerungen zu.

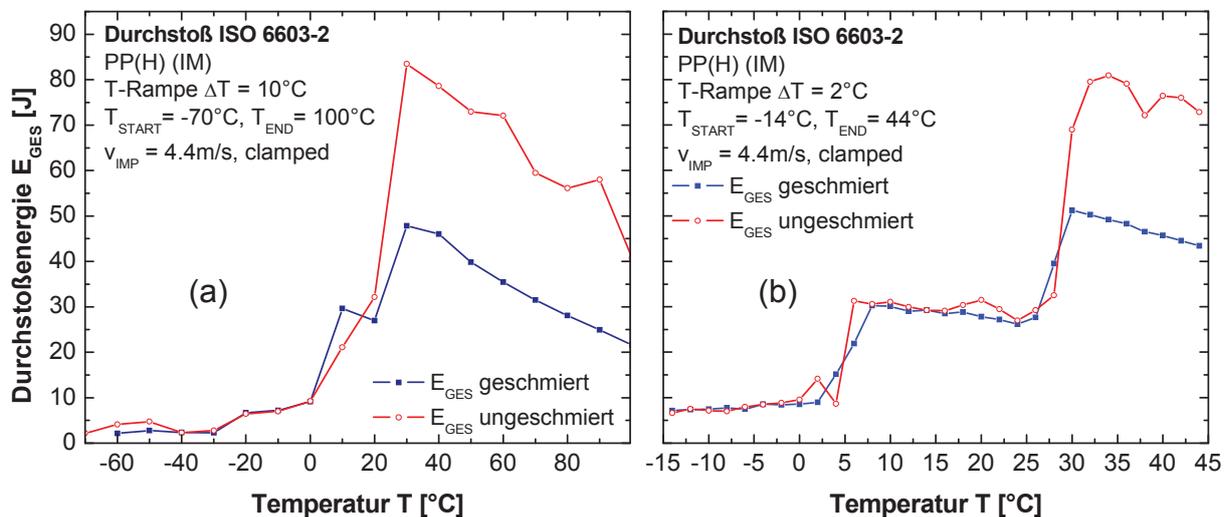


Abb. 4.4: Einfluss der Schmierung auf die Lage des Spröd/Zäh-Übergangs bei PP(H) (a) Gesamtansicht, (b) Detail im Spröd/Zäh-Übergang

Die Diagramme in **Abb. 4.4** zeigen im Vergleich geschmierte und ungeschmierte Rampenversuche beim Werkstoff PP(H). Dabei wurde ebenfalls der besondere Verlauf der Durchstoßenergie näher betrachtet und im Übergangsbereich ein separater temperaturgeführter Rampenversuch in feineren Schritten durchgeführt und ausgewertet. Somit wurde ersichtlich, dass bei ungeschmierten Prüfungen mit diesem Gerät im Normklima keinerlei Veränderung oder Verschiebung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur zu beobachten war. Einzig die Energiewerte der Hochlage veränderten sich durch Reibungseinflüsse dramatisch, was in diesem Fall durch eine Verdoppelung der Durchstoßenergie im Übergangsbereich ersichtlich wurde. Besonders hervorzuheben war jedoch der Startpunkt der unterschiedlichen Durchstoßenergien von geschmierten und ungeschmierten Prüfkörpern in **Abb. 4.4 (b)**: beide Verläufe der Durchstoßenergien waren bereits weit über Raumtemperatur, sodass Eis

und Taubildung ausgeschlossen werden konnte. Die Differenzierung setzte aber erst bei 30°C Probertemperatur ein. Genau ab dieser Temperatur fand beim ungeschmierten Probekörper nun kein Risswachstum mehr statt und dieser brach rein duktil mit Tiefziehen als Versagensform. Im Vergleich dazu wies das Bruchbild des Probekörpers bei geschmierter Durchführung duktiles Versagen mit stabilem Risswachstum auf (**Abb. 4.5**).

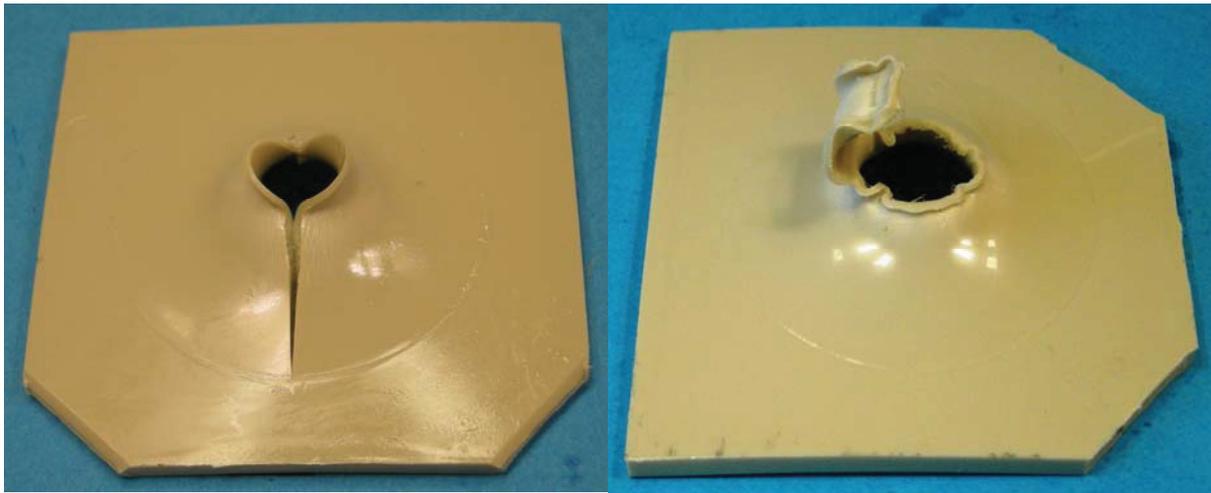


Abb. 4.5: Vergleich der Probekörper PP(H) bei 30°C (links geschmiert, rechts ungeschmiert) bei Beginn der Differenzierung der Hochlage

Die beiden anderen Versuchsmaterialien wiesen hingegen weitaus geringere Veränderungen auf. Die Verläufe der Durchstoßenergien der Werkstoffe PP(E)-T10 und PP(C)-T20 sind im Vergleich von geschmierten und ungeschmierten Versuchen in **Abb. 4.6** dargestellt.

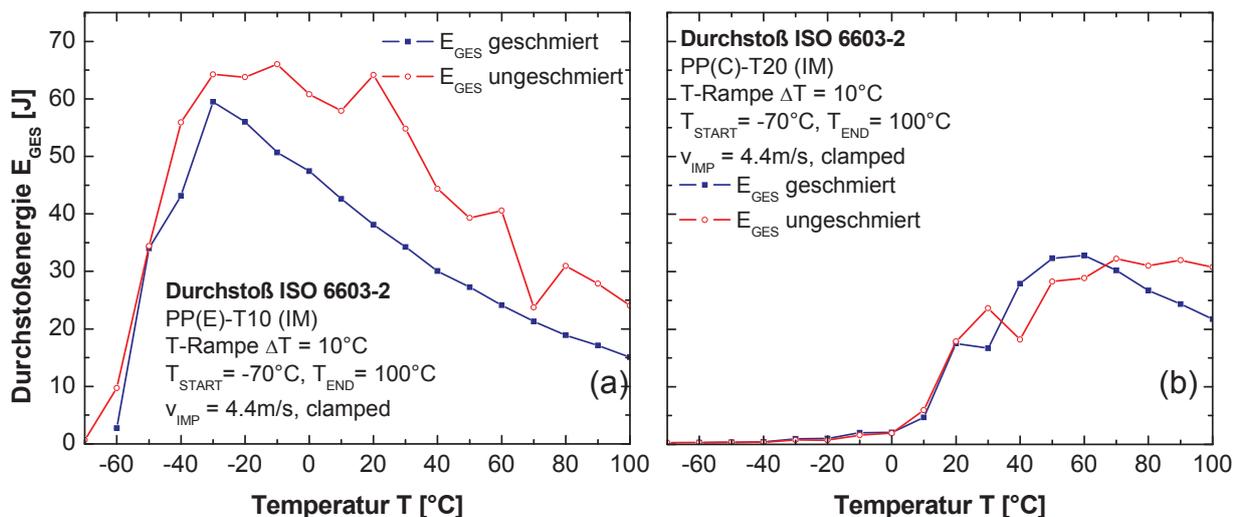


Abb. 4.6: Einfluss der Schmierung auf die Lage des Spröd/Zäh-Übergangs bei PP(E)-T10 (a) und PP(C)-T20(b)

Während der Einfluss beim Werkstoff PP(E)-T10 in der Hochlage noch einigermaßen moderat ausfiel, war dieser beim Material PP(C)-T20 bereits kaum mit den geschmierten Probekörpern zu unterscheiden. Die Spröd/Zäh-Übergangstemperatur wurde aufgrund der größeren Energiewerte in der Hochlage ebenfalls nicht beeinflusst.

Mit diesen Versuchen wurde somit gezeigt, dass bei temperaturgeführten Rampenversuchen mit dieser Prüfmaschine die Schmierung einerseits großen Einfluss auf die Energiewerte in der Hochlage des Kunststoffes hatte, andererseits jedoch die Lage der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur nicht veränderte. Somit konnte ein Effekt für die Charakterisierung von Werkstoffen mit dieser Prüfung ausgeschlossen werden.

Einfluss der Bezugspunktsdefinition für Gesamtenergieermittlung

Im instrumentierten Durchstoßversuch wurde die Gesamtenergie aus dem Kraft-Verformungsdiagramm integrativ bis zu jenem Kraftwert errechnet, an dem dieser nur mehr 50% des Wertes des Kraftmaximums aufweist. Der Einfluss der Lage dieses Endpunktes wurde durch besondere Auswertung nun ermittelt, indem die Grenzen für die Energieberechnung variiert wurden und somit die Gesamtenergie bei diesen verschiedenen Energieniveaus berechnet werden konnte.

Die Darstellungen in **Abb. 4.7** beinhalten sämtliche Ergebnisse dieser durchgeführten Untersuchung anhand aller verwendeten Materialien. Die einzelnen Kurven jedes Diagramms stellen den Verlauf der Durchstoßenergie über der Temperatur mit der gewählten Auswertemethode für die Bestimmung der Durchstoßenergien dar. Im Vergleich dieser gewonnenen Daten konnte nur eine sehr geringe Beeinflussung bei der Bestimmung des Spröd/Zäh-Überganges nachgewiesen werden. Bei Betrachtung aller Ergebnisse fiel die relativ große Differenz der Energiewerte der Kraftmaxima und der gewählten 20% Kraftabfallsgrenze sofort auf. Bei Verwendung der Energie bis zum Kraftmaximum wurde so nicht das gesamte Bruchverhalten des Probekörpers mit in die Berechnung einbezogen. Somit ergaben sich geringfügig tiefere Übergangstemperaturen. Je weiter man in den Kraft-Verformungs-Diagrammen diese Grenze bei steigenden Werten des Kraftabfalls verschob (F_{20} - F_{50} - F_{80}), umso geringer wurde dieser Unterschied. Sofern als Minimum der normativ festgelegten 50%igen Abfall vom Kraftmaximum für die Berechnung der Durchstoßenergie verwendet wurde, war eine Beeinflussung bei der Bestimmung der Spröd/Zäh-

Übergangstemperatur sogar fast auszuschließen. Dieser Verhalten wurde bei allen Materialien sowohl bei gespritzten als bei den gepressten Probekörpern nachgewiesen.

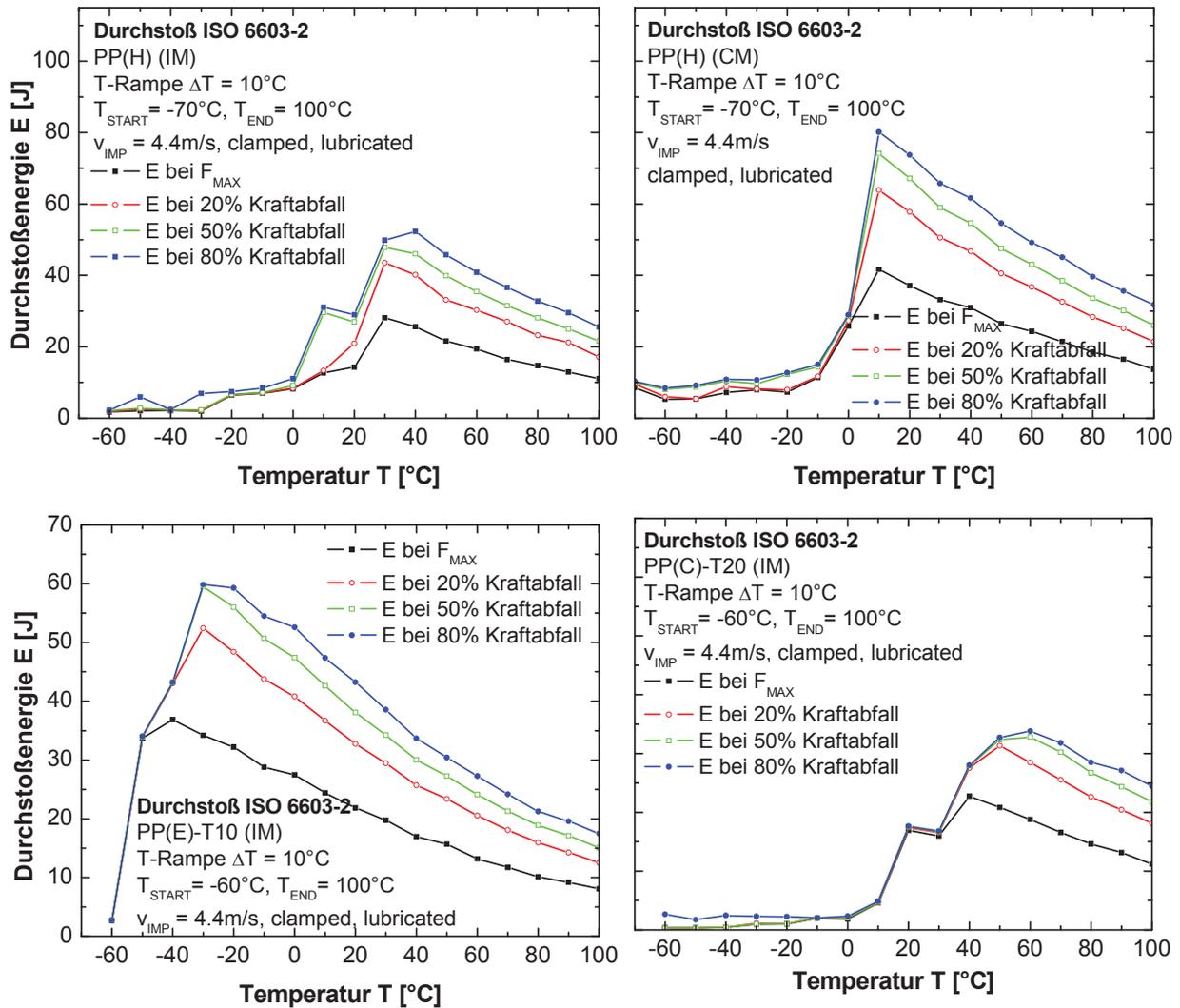


Abb. 4.7: Einfluss der Lage von EGES auf den Spröd/Zäh-Übergang bei PP(H) Spritzgussprobekörper (a), Pressplatten (b), PP(E)-T10 (c) und PP(C)-T20 (d)

4.2 Vergleichende Gesamtgegenüberstellung der Ergebnisse

Im folgenden Kapitel werden sämtliche Ergebnisse der Spröd/Zäh-Übergangsbestimmung nach Abschnitt 3.5 dargestellt. Diese Auswertemethoden basierten auf der Analyse der jeweiligen Übergangsbereiche unter Bestimmung einer bestimmten Übergangstemperatur, welche die Veränderungen im Verlauf der ausgewerteten Parameter über der Temperatur angeben.

4.2.1 Auswertung nach Gesamtenergie

Die Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur aus den Schlagzähigkeits- und den Durchstoßenergieverläufen wurden an allen Materialien mit den zuvor definierten Kerbformen durchgeführt. Im ersten Teil werden die Ergebnisse der temperaturgeführten Schlagbiege- und Durchstoßversuche dargestellt. Die Auswertung dieser temperaturabhängigen Eigenschaft erfolgte nach den in Abschnitt 3.5.1 und Abschnitt 3.5.2 erklärten Methoden. Der zweite Teil beinhaltet die Auswertung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur nach der in Abschnitt 3.6.1 definierten Methode.

(a) Temperaturabhängigkeit der Schlagzähigkeit und Durchstoßenergie

Werkstoff PP(H)

Der Verlauf der Schlagzähigkeit von spritzgegossenen, ungekerbten und gekerbten PP(H) Prüfkörpern in Abhängigkeit von der Temperatur ist in **Abb. 4.8** dargestellt.

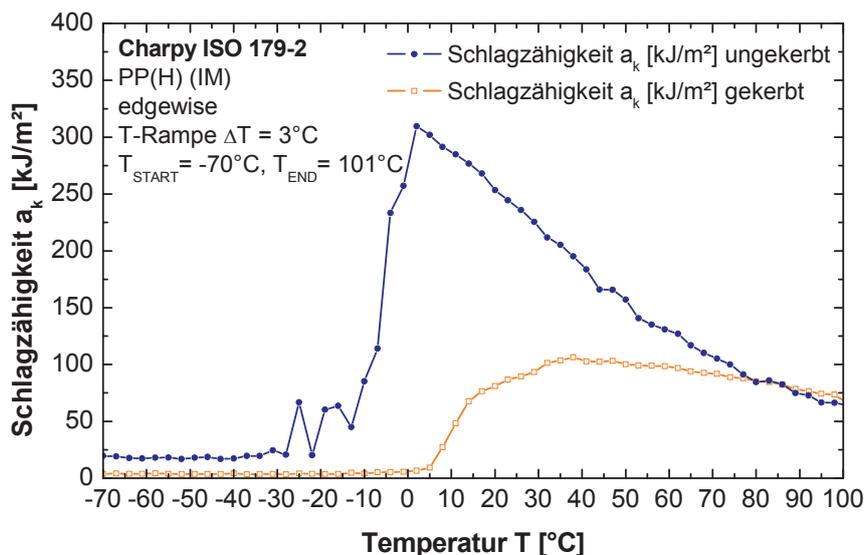


Abb. 4.8: Temperaturabhängiger Verlauf der Schlagzähigkeit von PP(H) Spritzgussproben bei ungekerbter und gekerbter Prüfung

Auffallend waren die unterschiedlichen Übergangsbereiche im Vergleich der Versuche von ungekerbten und gekerbten Probekörpern. Die Kerbe bewirkte eine Senkung der Bruchenergie und somit eine Verschiebung des Übergangsbereichs hin zu höheren Temperaturen. Desweiteren wurden auch in der Art der Kurvenform im Übergangsbereich gewisse Differenzen festgestellt. Während bei ungekerbten Prüfkörpern der Übergang zu höheren Bruchenergien innerhalb weniger Temperaturschritte vonstatten ging, wobei die Energiewerte massiv stiegen, war der Verlauf dieses Übergangs bei den gekerbten Versuchen weitaus weniger ausgeprägt. Die eingebrachte Kerbe senkte die Widerstandsfähigkeit gegenüber Rissausbreitung und duktilen Versagen trat somit erst bei höheren Temperaturen auf.

Im Vergleich dazu wurden mit gepressten Probekörpern ebenfalls Rampenversuche durchgeführt und die ermittelten Schlagzähigkeiten über der Temperatur aufgetragen. **Abb. 4.9** zeigt ähnliche Verläufe wie bei den spritzgegossenen Prüfkörpern. Im Vergleich zu diesen fielen die Bruchenergien niedriger aus, auch der Übergangsbereich beider Prüfungen war flacher ausgebildet und zu höheren Temperaturen verschoben.

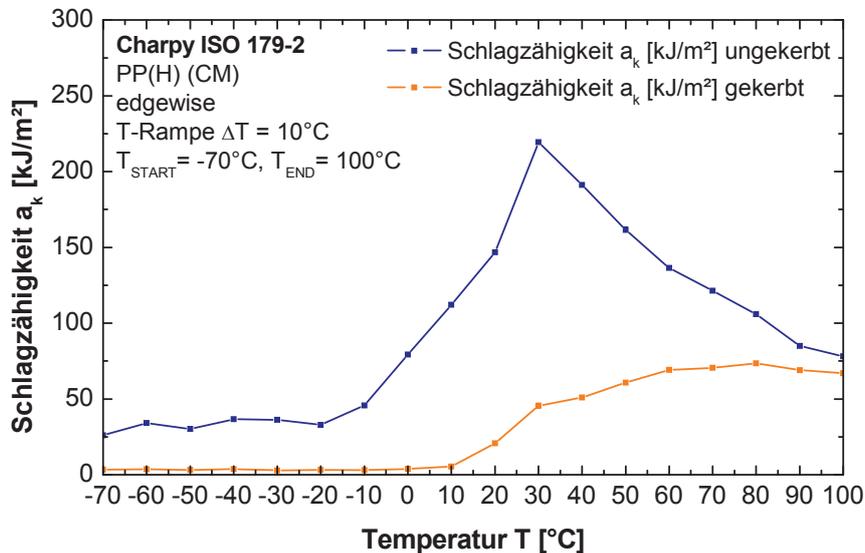


Abb. 4.9: Temperaturabhängiger Verlauf der Schlagzähigkeit von PP(H) Pressproben bei ungekerbter und gekerbter Prüfung

Ein Vergleich der Schlagzähigkeitsverläufe von spritzgegossenen und gepressten Probekörpern zeigte relativ große Unterschiede in der Breite des Übergangsbereiches. Die Prüfungen mit gespritzten Probekörpern wiesen weiters wesentlich höhere Bruchenergien bei tieferen Übergangstemperaturen auf. Mit diesen Versuchen konn-

te somit ein weiterer Einflussparameter bei Materialcharakterisierungen quantifiziert werden. Die Art der Probekörperherstellung spielte eine entscheidende Rolle auf die Ergebnisse bei Prüfung und Auswertung nach dieser Methode.

Die Durchstoßenergien von spritzgegossenen PP(H) Prüfkörpern in Abhängigkeit von Temperatur und Kerbform zeigt **Abb. 4.10**.

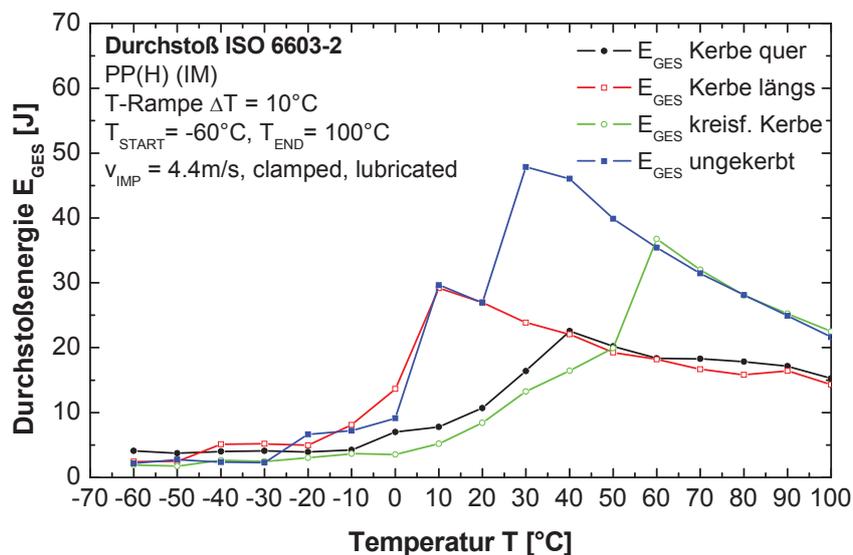


Abb. 4.10: Temperaturabhängiger Verlauf der Durchstoßenergie von PP(H) Spritzgussproben mit sämtlichen Kerbformen

Aus dem Verlauf der Durchstoßenergie im Übergangsbereich von ungekerbten Prüfkörpern war eine gewisse Plateaubildung im Bereich von 10°C bis 20°C erkennbar. Diese Stufenform wurde in weiteren Rampenversuchen mit einer Temperaturschrittweite von 2°C bestätigt. In diesem Bereich wiesen die Probekörper Versagen durch stabiles und instabiles Risswachstum auf. Erst bei Überschreitung dieses Mittelplateaus bei ca. 30°C bildeten sich rein duktile Brüche mit Fließversagen aus. Diese Veränderung der Bruchart war ebenfalls in den Messkurven durch höhere Durchstoßenergien erkennbar.

Bei den längs (in Spritzrichtung) gekerbten Prüfkörpern korrelierte der Verlauf der Durchstoßenergien bis zum Mittelplateau der ungekerbten Prüfkörper. Im weiteren Verlauf wurde jedoch kein Übergang zu duktilen Brüchen mit Fließversagen festgestellt. Stattdessen wiesen die Probekörper in der Bruchbildanalyse stabiles Risswachstum in der Kerbe auf. In **Abb. 4.11** ist der Unterschied der Bruchbilder von ungekerbten und gekerbten Prüfkörpern bei einer Temperatur von 40°C dargestellt.

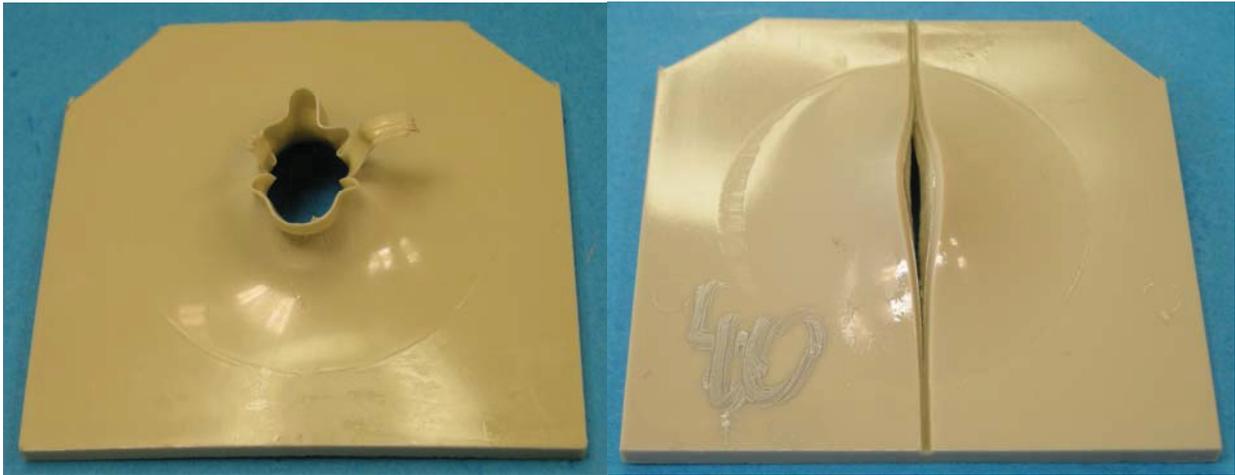


Abb. 4.11: Bruchbilder von spritzgegossenen PP(H) Proben bei 40°C ungekerbt (links) und Kerbe längs (rechts)

Bei den quer zur Spritzrichtung gekerbten PP(H) Prüfkörpern wurde nun der Effekt der Orientierungen aus dem Spritzguss sichtbar. Da die Kerbwirkung nun quer zur Orientierung einwirken konnte, wurde im Vergleich zu den ungekerbten und längs gekerbten Probekörpern eine deutliche Verschlechterung der Durchstoßeigenschaften festgestellt. Obwohl in den Versuchen mit ungekerbten und längs gekerbten Probekörpern diese bereits duktileres Versagen mit höheren Durchstoßenergien aufwiesen, brachen diese mit instabilem Risswachstum und zeigten deutlich geringere Energiewerte bei gleichen Temperaturen. Es konnte somit eine Verschiebung des Übergangsbereiches zu höheren Temperaturen beobachtet werden.

Bei den Versuchen mit kreisförmigen Kerben konnten ähnliche Verhaltensformen eruiert werden. Dies zeigte sich durch einen ähnlichen Verlauf der Durchstoßenergien im Vergleich zu Versuchen mit quer gekerbten Probekörpern. Erst beim Erreichen dieses Niveaus wechselte die Bruchart von Versagen durch Risswachstum zu Fließversagen. Diese Energiewerte entsprachen jedoch denen von ungekerbten Prüfungen. Somit trat ab dieser Temperatur Fließversagen unabhängig des Einflusses von Kerben auf, dessen Charakteristik auch in den Bruchbildern abzulesen war. **Abb. 4.12** zeigt Bruchbilder von kreisförmig gekerbten Probekörpern in diesem Übergangsbereich bei 50°C (instabiles Risswachstum) und 60°C (duktiler Bruch mit Fließversagen).

Zusammenfassend wurden nun gewisse Zusammenhänge von ungekerbten und gekerbten Prüfungen im Vergleich der Kerbformen sichtbar. Sowohl längs als auch quer gekerbte Prüfkörper wiesen nach Erreichen ihrer Hochlage ähnliche Verläufe auf. Weiters wies der Übergangsbereich von ungekerbten Versuchen eine Zwischenpla-

teaubildung auf. Die Durchstoßenergien von längs gekerbten Versuchen korrelierten bis zu ihrer Hochlage mit den Ergebnissen der ungekerbten Versuche. Probekörper mit kreisförmigen Kerben wiesen duktileres Versagen mit identischen Energiewerten zu ungekerbten Probekörpern auf.

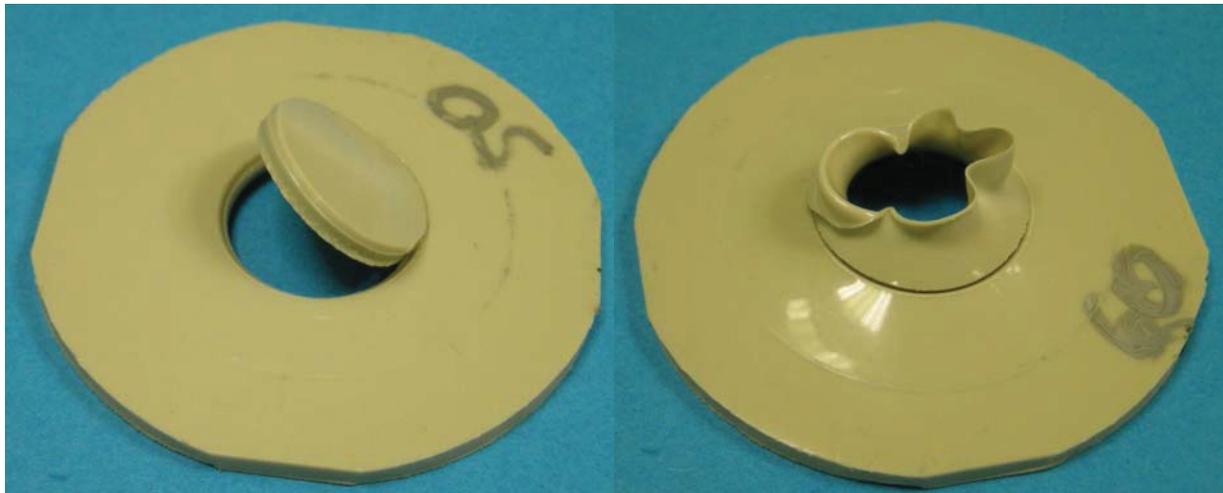


Abb. 4.12: Bruchbilder PP(H) (IM) von kreisförmig gekerbten Prüfkörpern bei 50°C (links) und 60°C (rechts)

Die Auswertung der Durchstoßenergien von gepressten Prüfkörpern führte zu ähnlichen Ergebnissen. In **Abb. 4.13** sind die Verläufe der Durchstoßenergien bei gepressten Prüfkörpern mit den verschiedenen Kerbformen dargestellt.

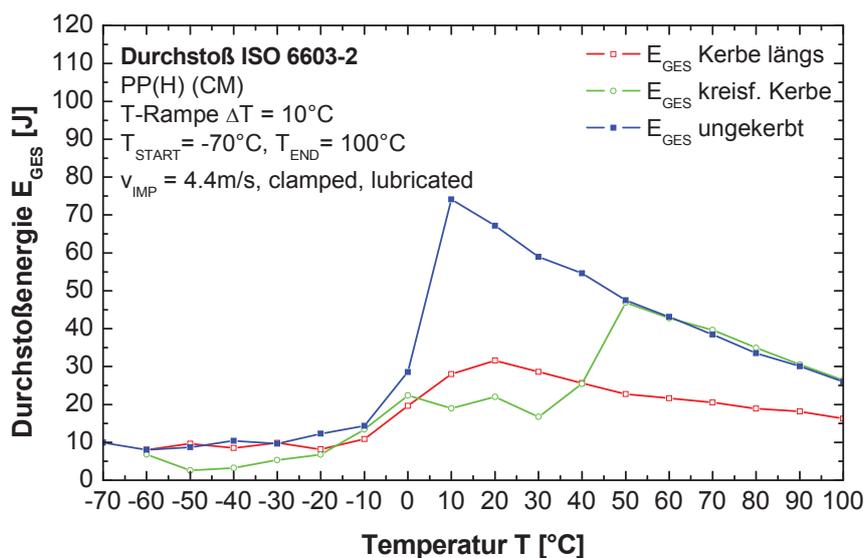


Abb. 4.13: Temperaturabhängiger Verlauf der Durchstoßenergie von PP(H) Spritzgussproben mit sämtlichen Kerbformen

Die Versuche mit ungekerbten Prüfkörpern ergaben im Vergleich zu den Spritzgussprodukten eine niedrigere Übergangstemperatur mit fast doppelt so hohen Durchstoßenergien. Dabei wurde im Gegensatz zu den spritzgegossenen Probekörpern keine Plateaubildung im Übergangsbereich festgestellt. Bei den kreisförmig gekerbten Probekörpern waren die Energiewerte bei duktilen Brüchen mit Fließversagen identisch mit denen der ungekerbten Probekörper. Somit war auch hier zu beobachten, dass großvolumigen plastischen Verformungen (duktiler Bruch durch Fließversagen) beim Durchstoß von kreisförmig gekerbten Prüfkörpern unabhängig von Schädigungen wie Kerben auftraten. Die Auswertung der längs gekerbten Prüfkörper ergab ebenfalls ein ähnliches Bild zu den Versuchen mit spritzgegossenen Prüfkörpern. Im Vergleich wiesen diese beiden Messkurven ähnliche Verläufe auf.

Die Prüfungen von PP(H) mit spritzgegossenen und gepressten Durchstoßprobekörpern lies genau die umgekehrten Verhalten im Vergleich zur Schlagbiegeprüfung zu. Die Versuche mit gepressten, ungekerbten sowie längs gekerbten Prüfkörpern wiesen weitaus höhere Durchstoßenergien bei tieferen Übergangsbereichen im Vergleich zum Charpy auf. Einzig die Versuche mit kreisförmig gekerbten Probekörpern hatten ähnliche Bereiche aufzuweisen. Somit konnte auch hier der Einfluss der Probekörperherstellung gezeigt werden. Im Vergleich zu den Schlagbiegeprüfungen mit PP(H), dessen Materialkennwerte bei Spritzgussprodukten besser waren, sind bei Durchstoßprüfungen eher gepresste Prüfkörper vorzuziehen, um bessere Eigenschaftswerte zu generieren. Jede Prüfmethode hat aufgrund ihrer unterschiedlichen Belastungsweise spezielle Anforderungen an den Werkstoff. Dies wurde im Vergleich von PP(H) deutlich, dass Orientierungen aus dem Spritzgussprozess nicht allgemein zu einer Erhöhung der Durchstoßfestigkeit führen. Bei der Schlagbiegeprüfung war dies jedoch zu beobachten.

Werkstoff PP(E)-T10

Der Verlauf der Schlagzähigkeit von PP(E)-T10 in Abhängigkeit der Temperatur ist in **Abb. 4.14** dargestellt. Der ungekerbte Rampenversuch wies im oberen Übergangsbereich Streuungen auf, die aufgrund des mehrphasigen Werkstoffsystems (Elastomermodifizierung und Talkumfülle) auftraten. Ansonsten waren die Eigenschaften des Übergangsverhaltens ähnlich zu den Ergebnissen von PP(H). Die ungekerbten Prüfkörper wiesen deutlich höhere Schlagzähigkeitswerte mit tiefer gelegenem Übergangsbereich auf. Im Vergleich dazu waren die Schlagzähigkeitswerte bei der ge-

kerbten Versuchsvariante weitaus geringer und der Übergang bei höheren Temperaturbereichen anzufinden.

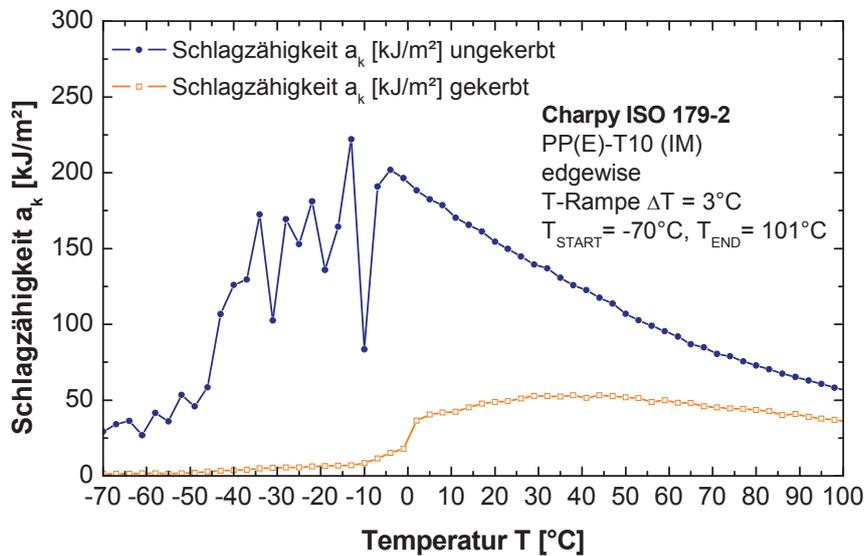


Abb. 4.14: Temperaturabhängiger Verlauf der Schlagzähigkeit von PP(E)-T10 Spritzgussproben bei ungekerbter und gekerbter Prüfung

Die Durchstoßenergien von PP(E)-T10 Prüfkörpern (Spritzgussprodukt) in Abhängigkeit der Temperatur und der Kerbform zeigt **Abb. 4.15**.

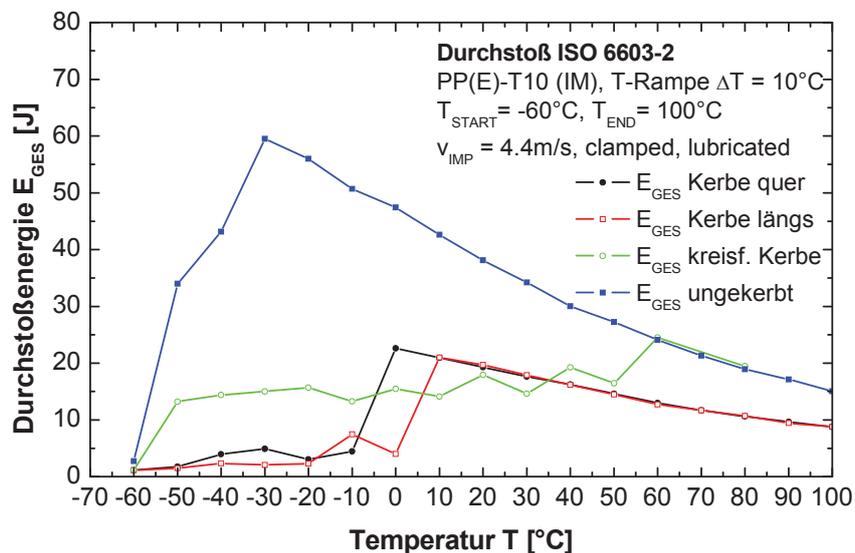


Abb. 4.15: Temperaturabhängiger Verlauf der Durchstoßenergie von PP(E)-T10 Spritzgussproben mit sämtlichen Kerbformen

Der Übergangsbereich der ungekerbten Prüfung lag bei sehr tiefen Temperaturen und war durch einen rapiden Abfall der Durchstoßenergien ab Temperaturen unter -30°C gekennzeichnet. Die Hochlage wies im Vergleich zu den gekerbten Probekör-

pern große Durchstoßenergien auf. Bei den längs und quer gekerbten Prüfungen wurde ein nur geringer Einfluss der Kerbrichtung festgestellt. Obwohl in **Abb. 4.15** eine Differenz im Übergangsbereich von Längs- und Querkerbe zu beobachten war, konnte mithilfe weiterer Rampenversuche ein signifikanter Einfluss widerlegt werden, sofern Unterschiede von weniger als 10°C im Spröd/Zäh-Übergang überhaupt als relevant angesehen werden können. Dies wurde aufgrund der nahezu identischen Energieverläufe bei diesen beiden Kerbformen begründet. Die kreisförmige Kerbe wies in Analogie zum PP(H) ein ähnliches Verhaltensmuster auf. Sobald die Energiewerte den ungekerbten Versuchen entsprachen, hatte die Kerbe keinerlei Einfluss auf das Bruch- und Versagensverhalten. Der Probekörper wies einen duktilen Bruch durch Fließversagen auf. **Abb. 4.16** zeigt Probekörper im Übergangsbereich vom Versagen durch Risswachstum zum Fließversagen.

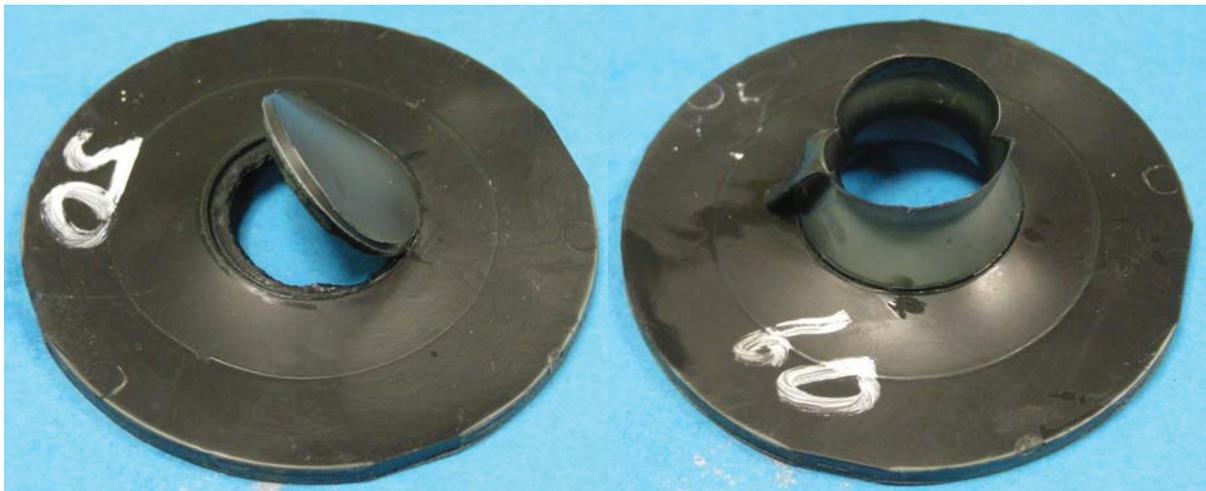


Abb. 4.16: Bruchbilder PP(E)-T10 (IM) von kreisförmig gekerbten Prüfkörpern bei 50°C (links) und 60°C (rechts)

Werkstoff PP(C)-T20

Der Verlauf der Schlagzähigkeit von PP(C)-T20 in Abhängigkeit der Temperatur ist in **Abb. 4.17** dargestellt. Die ungekerbten Prüfkörper wiesen in Hochlage die geringsten Werte im Vergleich zu den beiden anderen Materialien auf. Auch der Übergangsbereich erstreckte sich über einen relativ großen Temperaturbereich. Ab dem Erreichen des Höchstwertes bei über 60°C nahmen die Werte mit sehr geringer Streuung kontinuierlich ab. Bei den gekerbten Versuchen war im Rampenversuch keine Hochlage bestimmbar, da diese noch nicht eindeutig erreicht worden war. Die Kerbschlagzähigkeitswerte nahmen bis 70°C nahezu konstante Werte an, sodass zumindest die untere Grenze des Übergangsbereiches erfasst werden konnte.

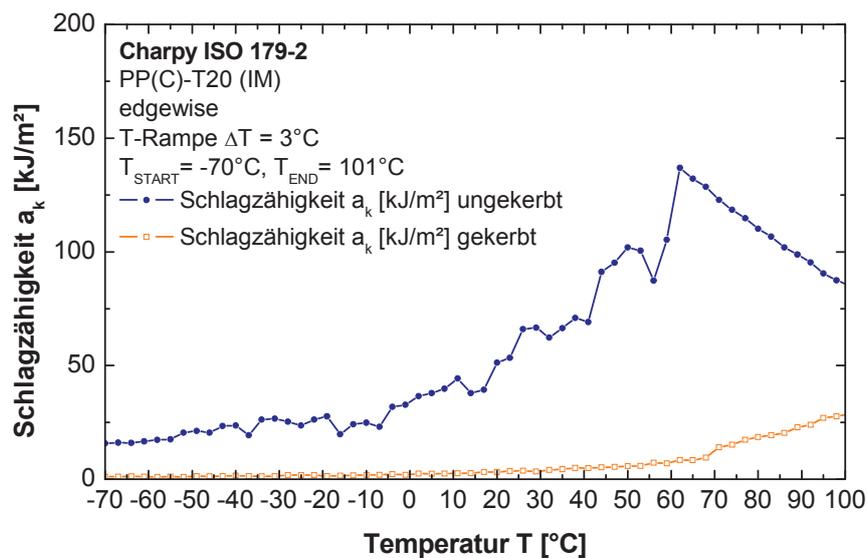


Abb. 4.17: Temperaturabhängiger Verlauf der Schlagzähigkeit von PP(C)-T20 Spritzgussproben bei ungekerbter und gekerbter Prüfung

Die Durchstoßenergien von PP(C)-T20 Prüfkörpern (Spritzgussprodukt) in Abhängigkeit von Temperatur und Kerbform zeigt **Abb. 4.18**. Die ungekerbten Prüfkörper weisen im Vergleich zu den gekerbten relativ große Änderungen der Durchstoßenergie zwischen Hoch und Tieflage auf.

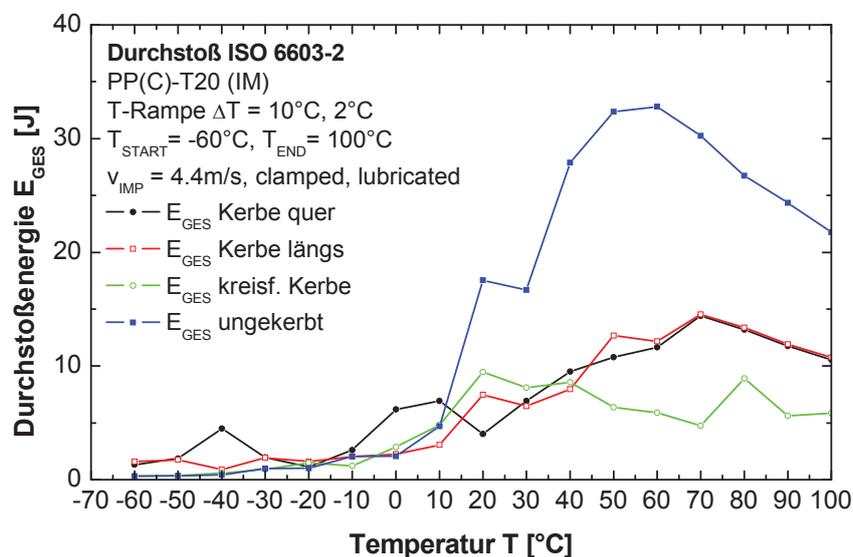


Abb. 4.18: Temperaturabhängiger Verlauf der Durchstoßenergie von PP(C)-T20 Spritzgussproben mit sämtlichen Kerbformen

Der Vergleich von längs und quer gekerbten Prüfkörpern ergab keinen Einfluss der Kerbrichtung auf die Durchstoßenergie. Die Durchstoßenergien beider Kerbformen korrelierten ab Beginn der jeweiligen Hochlagen vollständig. Die dabei entstandenen

Bruchbilder zeigten Risswachstum in der Kerbe. Im Übergangsbereich differenzierten sich die beiden Kurvenverläufe streuungsbedingt.

Die kreisförmig gekerbten Probekörper wiesen auch bei höheren Temperaturen kein rein fließbedingtes Versagen auf. Das Versagen wurde mit stabilem Risswachstum in der Kerbe klassifiziert, obwohl die Messkurven nach Definition typische NY- (No Yielding) Charakteristika aufwiesen. **Abb. 4.19** zeigt Probekörper mit Längskerbe (links) und kreisförmiger Kerbe (rechts) bei einer Prüftemperatur von 100°C.

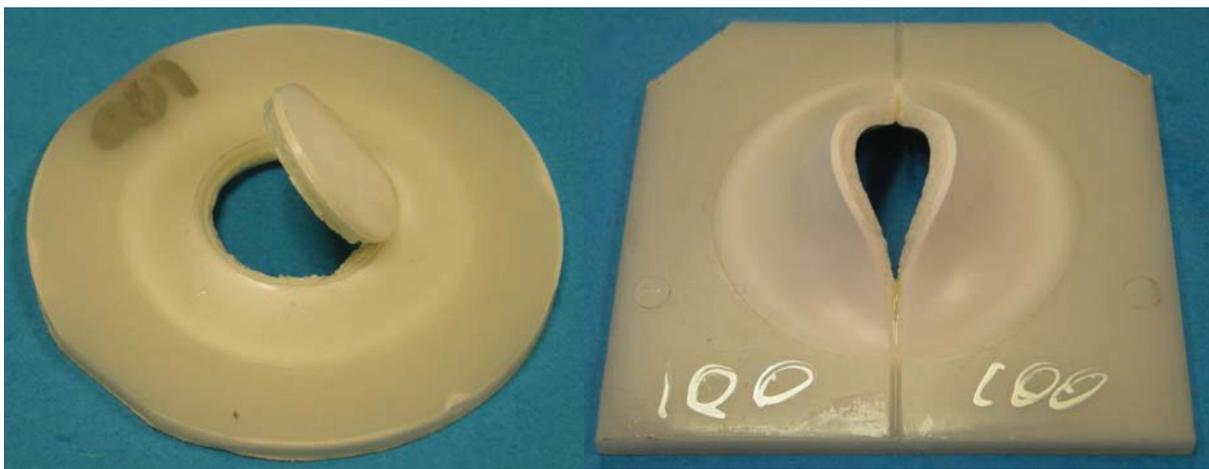


Abb. 4.19: Bruchbilder PP(C)-T20 (IM) von längs gekerbten (links) und kreisförmig gekerbten (rechts) Prüfkörpern bei 100°C

(b) Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Schlagzähigkeiten und Durchstoßenergien

Nach dieser ausgiebigen Analyse der Temperaturabhängigkeit der Schlagzähigkeits- und Durchstoßenergieverläufe wurden im folgenden Abschnitt die Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen der jeweiligen Versuche nach der Methode in Abschnitt 3.4.1 bestimmt und in einem gemeinsamen Diagramm ausgewertet. Somit konnte einerseits eine Werkstoffcharakterisierung vorgenommen werden, dessen Messwerte den normativen Auswerteparametern entsprachen. Andererseits wurden diese Messwerte als Grundlage und Basis für die darauffolgende Methodenentwicklung zur Analyse und Vergleich von weiteren Charakteristika für die Bestimmung einer Spröd/Zäh-Übergangstemperatur verwendet.

Werkstoff PP(H)

Die Ergebnisse in **Abb. 4.20** geben die eruierten Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen aus den durchgeführten Versuchen mit spritzgegossenen Prüfkörpern aus PP(H)

wieder. Die ermittelten Übergangstemperaturen streuten in einer Bandbreite von -5°C bis 50°C auf. Somit erkannte man bereits zu Beginn dieser Auswertung, dass Werkstoffe bei unterschiedlichen Prüfungen mit unterschiedlichen Probekörpergeometrien und Arten von Belastungen keine ähnlichen Verhaltensmuster aufwiesen.

Grundsätzlich konnten aus diesen Ergebnissen verschiedene Schlüsse gezogen werden. Beim Schlagbiegeversuch erkannte man die typische Korrelation von ungekerbten und gekerbten Probekörpern, welche eine höhere Übergangstemperatur aufwiesen. Beim Durchstoßversuch zeigte die ungekerbte Prüfung eine ähnliche Übergangstemperatur wie die der gekerbten Schlagbiegeprüfung. Kreisförmig und quer gekerbte Proben wiesen höhere Übergangstemperaturen auf. Das bedeutete für den Werkstoff, dass dieser unter Belastung bei Anwesenheit geometrischer Kerben stärker mit sprödem Versagen bei höheren Temperaturen darauf reagiert hatte. Für eine Charakterisierung interessant waren die Versuche mit längs gerichteten Kerben. Diese wiesen geringere Übergangstemperaturen auf, was auf Orientierungseinflüsse aus der Spritzgussverarbeitung und der Auswertemethode zurückzuführen war. Aufgrund dieser starken Orientierungseinflüsse von spritzgegossenen Probekörpern können durch solche Prüfungen nur dann aussagekräftige Ergebnisse erzielt werden, wenn auch Bedeutung und Einfluss von Kerben und Orientierungen auf das Material bekannt sind.

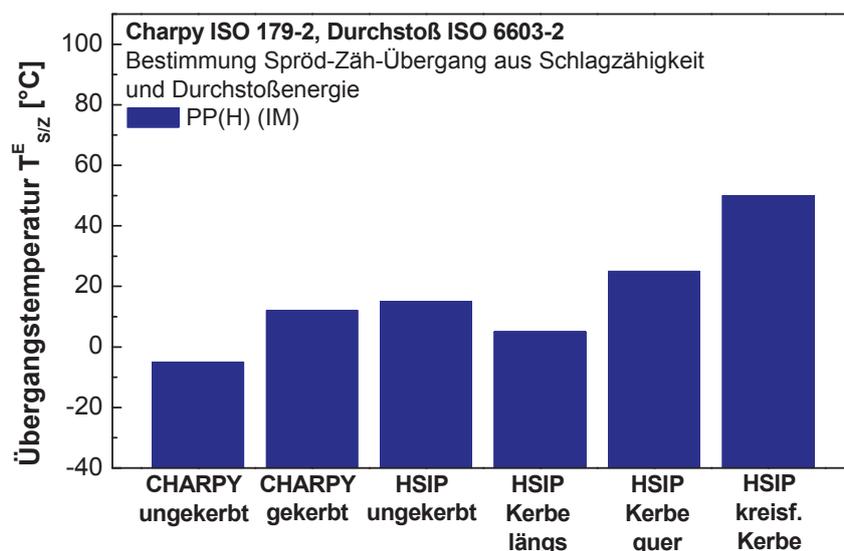


Abb. 4.20: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen aus Schlagbiege- und Durchstoßversuchen von PP(H) (IM)

Die Ergebnisse der gepressten Probekörper in **Abb. 4.21** ergaben nun geringe Unterschiede in den zuvor bei spritzgegossenen Prüfkörpern gefundenen Korrelationen.

Einzig die Schlagbiegeversuche von ungekerbten und gekerbten Prüfkörpern wiesen die zuvor eruierte Korrelation auf, dass gekerbte Versuche erst bei höheren Temperaturen ihre Hochlage erreichen. Weiters wurden keine Unterschiede in den Übergangstemperaturen von ungekerbten und längs gekerbten Prüfkörpern der Durchstoßversuche erkannt. Probekörper mit kreisförmiger Kerbe zeigten erneut eine große Empfindlichkeit des Werkstoffes gegenüber dieser Schädigungsform.

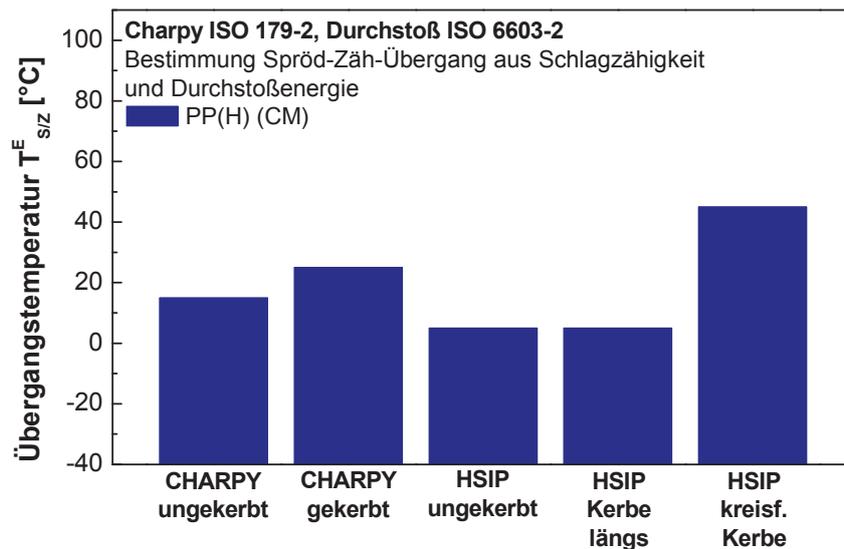


Abb. 4.21: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen aus Schlagbiege und Durchstoßversuchen von PP(H) (CM)

Werkstoff PP(E)-T10

In **Abb. 4.22** sind die Ergebnisse der Spröd/Zäh-Übergangstemperaturbestimmung von PP(E)-T10 dargestellt. Die Bandbreite der ermittelten Übergangstemperaturen von -45°C bis 5°C lies ebenfalls keine einheitliche Charakterisierung zu. Die Übergangstemperatur bei gekerbten Prüfkörpern der Schlagbiegeprüfung liegt höher als die von ungekerbten. Weiters wurde bei diesem Werkstoff eine ähnliche Übergangstemperatur von ungekerbten Prüfkörpern im Schlagbiegeversuch und ungekerbten Proben im Durchstoßversuch nachgewiesen. Die verwendeten längs und quer gekerbten Probekörper im Durchstoßversuche wiesen einen großen Einfluss auf die Durchstoßenergien auf. Die Ergebnisse der Versuche mit kreisförmigen Kerben ergaben ähnliche Verläufe zu den ungekerbten Proben. Der Wechsel von Tief- zur Hochlage wurde bei den gleichen Temperaturen beobachtet, nur die Übergangsbreite war unterschiedlich. Der Werkstoff reagierte somit sehr empfindlich auf Kerben, wenn wie bei längs und quer gekerbten Versuche das Risswachstumsrichtung vorgegeben wurde. Dies zeigte sich durch generell höhere Übergangstemperaturen,

welche jedoch auf nahezu gleichem Niveau lagen. Auch die gekerbte Variante der Schlagbiegeprüfung zeigte diesen Effekt. Somit konnte mit dieser Auswertemethode beim Werkstoff PP(E)-T10 eine gewisse Korrelation der beiden Prüfungen von ungekerbten und gekerbten Probekörpern nachgewiesen werden.

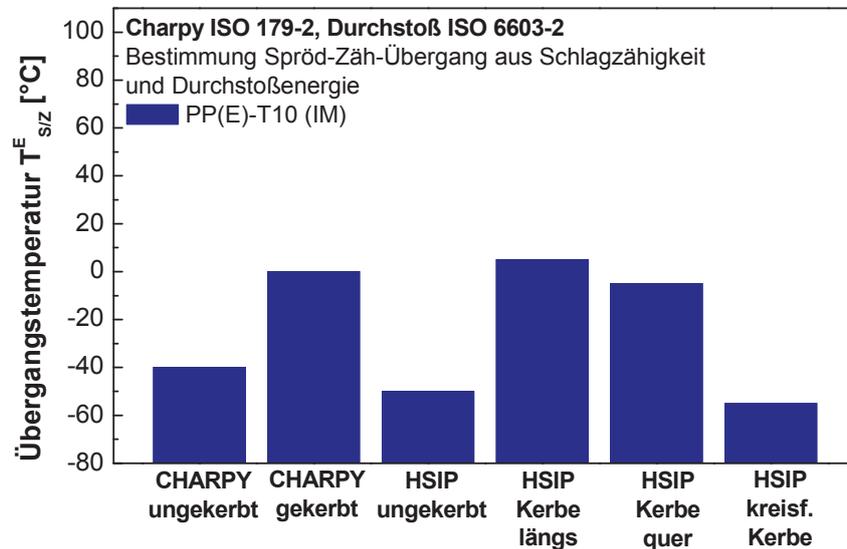


Abb. 4.22: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen aus Schlagbiege- und Durchstoßversuchen von PP(E)-T10 (IM)

Werkstoff PP(C)-T20

Die Ergebnisse der Bestimmung einer Spröd/Zäh-Übergangstemperatur von PP(C)-T20 sind **Abb. 4.23** dargestellt.

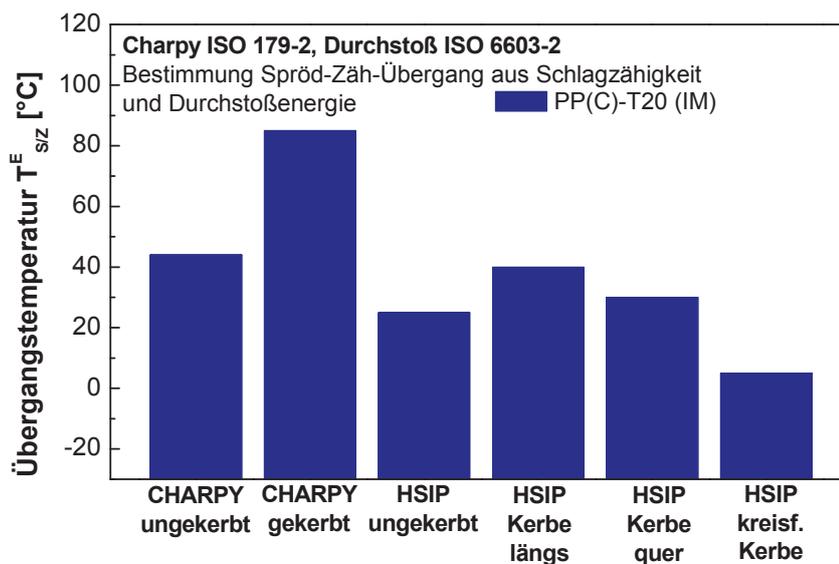


Abb. 4.23: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen aus Schlagbiege- und Durchstoßversuchen von PP(C)-T20 (IM)

Die Auswertung der Schlagbiegeprüfung ergab erneut die bereits bekannte Korrelation von ungekerbten und gekerbten Proben. Bei der gekerbten Schlagbiegeprüfung war jedoch zu beachten, dass der Werkstoff aufgrund der maximalen Heiztemperatur von 100°C noch nicht vollständig die Hochlage erreicht hatte. Die Übergangstemperatur wurde somit aus einem nicht vollständigen Verlauf der Schlagzähigkeit über der Temperatur bestimmt.

Die Werte aus den Durchstoßprüfungen ergaben abgesehen von der kreisförmigen Kerbe geringe Abweichungen. Somit hatte die Kerbrichtung nur geringen Einfluss auf das Bruchverhalten und die Übergangstemperatur im Vergleich zu ungekerbten Versuchen. Der Vergleich aller eruierten Temperaturen ergab somit eine relativ gute Übereinstimmung der ungekerbten und längs- und quer gekerbten Durchstoßprüfungen mit den ungekerbten Schlagbiegeversuchen. Trotz unterschiedlicher Belastungsweisen der beiden Prüfmethode wurde eine gewisse Vergleichbarkeit erzielt.

4.2.2 Auswertung nach Gesamtverformung

Die Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur durch Auswertung der Bruch- und Gesamtverformung wurde an allen Materialien mit den definierten Kerbformen durchgeführt. Im ersten Teil werden die Verläufe der temperaturgeführten Schlagbiege- und Durchstoßversuche dargestellt. Die Auswertung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur erfolgte nach der in Abschnitt 3.4.2 definierten Methode mit anschließendem Vergleich der Ergebnisse aus der Analyse der Schlagzähigkeiten und Durchstoßenergien.

(a) Temperaturabhängigkeit der Bruch- und Gesamtverformung

Werkstoff PP(H)

Die Abhängigkeit der Bruchverformung von der Temperatur von spritzgegossenen, ungekerbten und gekerbten Prüfkörpern der Schlagbiegeprüfung zeigt **Abb. 4.24**. Dabei wurden die Korrelationen in Abschnitt 4.2.1 bestätigt. Der Übergangsbereich ist dabei durch stark ansteigende Bruchverformungswege gekennzeichnet. Sowohl der Versuch mit gekerbten als mit ungekerbten Prüfkörpern zeigte dieses Materialverhalten. Ein interessantes Verhalten zeigte der Verlauf der Verformung beim Kraftmaximum bei ungekerbten Prüfkörpern im Vergleich zu den gekerbten, bei denen ein sprunghafter Anstieg zu beobachten war. Dieses Verhalten war ebenfalls in der Auswertung des Energieverlaufs beim Kraftmaximum ersichtlich. Weiters fiel bei

gekerbten Proben im Vergleich zu den ungekerbten Prüfungen die konstant bleibende Verformung in der Hochlage auf. Die Verformung am Kraftmaximum hingegen zeigte genau den gegenteiligen Effekt. Diese blieb bei ungekerbten Prüfungen nach dem sprunghaften Anstieg auf nahezu konstantem Niveau. Ansonsten entsprach der Verlauf der Gesamtverformungen in etwa dem der Schlagzähigkeiten.

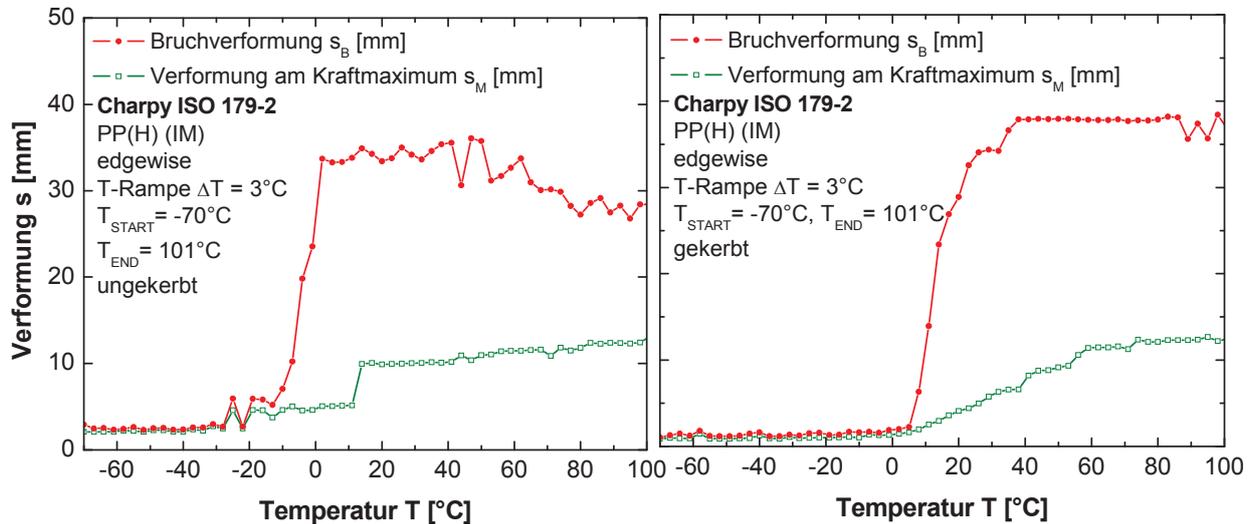


Abb. 4.24: Temperaturabhängiger Verlauf der Bruchverformung beim Schlagbiegeversuch von PP(H) Spritzgussproben bei gekerbter und ungekerbter Prüfung

Die Ergebnisse der Versuche mit gepressten Proben sind in **Abb. 4.25** dargestellt. Die gekerbten Versuche im Vergleich zu den Versuchen mit spritzgegossenen, gekerbten Prüfkörpern wiesen im Übergangsbereich eine geringere Steigung des Bruchverformungsverlaufs auf.

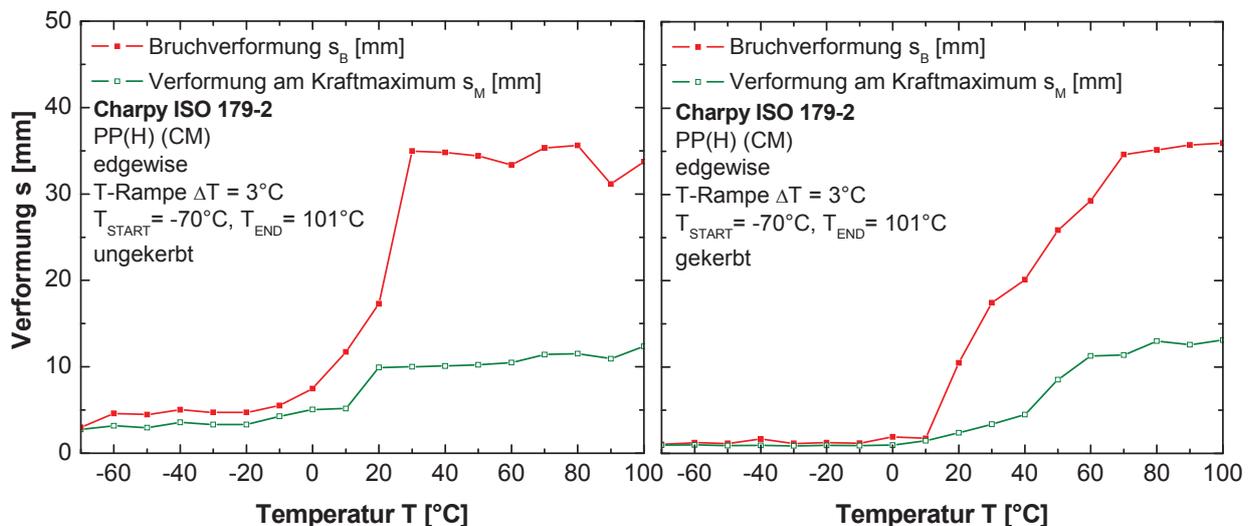


Abb. 4.25: Temperaturabhängiger Verlauf der Bruchverformung beim Schlagbiegeversuch von gepressten PP(H) Proben bei gekerbter und ungekerbter Prüfung

Eine weitere Ähnlichkeit zeigte auch der Vergleich der ungekerbten Prüfungen, dessen Bruchverformungswerte in Hochlage mit steigender Temperatur konstant waren bzw. leicht absanken. Ebenfalls bei den ungekerbten Prüfkörpern wurde der zuvor erwähnte Verlauf der Verformung am Kraftmaximum festgestellt, deren Werte nach dem sprunghaften Anstieg nahezu konstant blieben. Wiederum waren die Verläufe der Gesamtverformungen jenen der eruierten Schlagzähigkeiten ähnlich.

Die Ergebnisse der temperaturgeführten PP(H)-Durchstoßversuche von spritzgegossenen Prüfkörpern sind in **Abb. 4.26** dargestellt. In Analogie zur Schlagbiegeprüfung ist der Übergangsbereich durch ansteigende Verformungswege gekennzeichnet. Die Auswertung von ungekerbten Proben ergab einen nahezu konstanten Verlauf der Verformung in Hochlage. Die Versuche mit kreisförmig gekerbten Probekörpern zeigten ein ähnliches Bild wie im Vergleich zu den Durchstoßenergien. Die identischen Verformungswege (wie bei ungekerbten Versuchen) wiesen erneut darauf hin, dass diese Kerbform ab dieser Temperatur keinen Einfluss auf das Bruchverhalten hatte und der Probekörper sich wie ungekerbte deformierte. Weiters wurde bei längs gekerbten Versuchen ein ähnlicher Verlauf wie im Vergleich zu den Durchstoßenergien festgestellt. Mit steigender Temperatur senkte sich dieses Niveau und die Gesamtverformung wurde mit den quer gekerbten Prüfkörpern nahezu gleich.

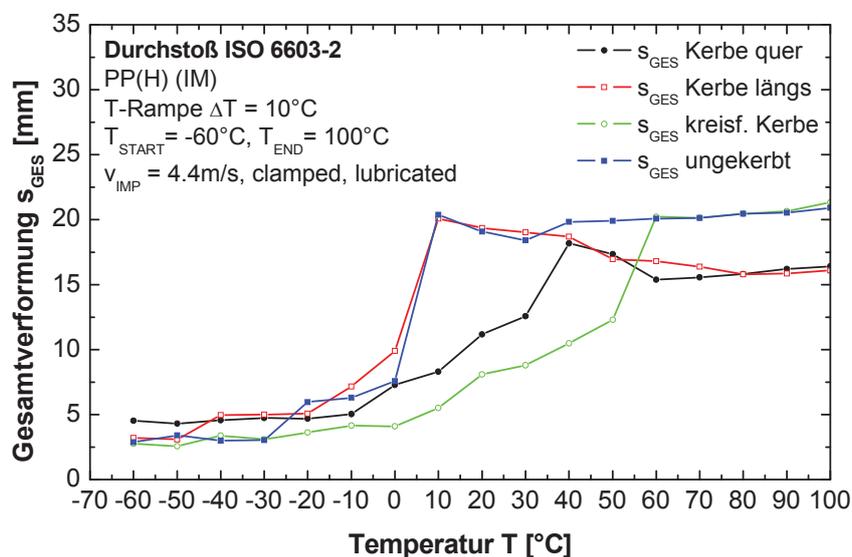


Abb. 4.26: Temperaturabhängiger Verlauf der Gesamtverformung von PP(H) Spritzgussproben mit allen Kerbformen

Bei den Prüfungen mit gepressten Probekörpern in **Abb. 4.27** waren die Gesamtverformungen ähnlich wie bei den spritzgegossenen Probekörpern. Die ungekerbten Versuche wiesen in Hochlage nahezu konstante Verformungswerte auf. Die kreisförmig gekerbten Proben zeigten analog zu den spritzgegossenen, ungekerbten Ver-

suchsreihen identische Gesamtverformungen in der Hochlage. Dies bedeutete somit, dass die Ausbildung der duktilen Brüche durch Fließversagen unabhängig vom Einfluss der Kerbe vonstatten ging. Weitere Ähnlichkeiten im Vergleich zu den spritzgegossenen Proben waren auch bei den längs gekerbten Versuchen ersichtlich.

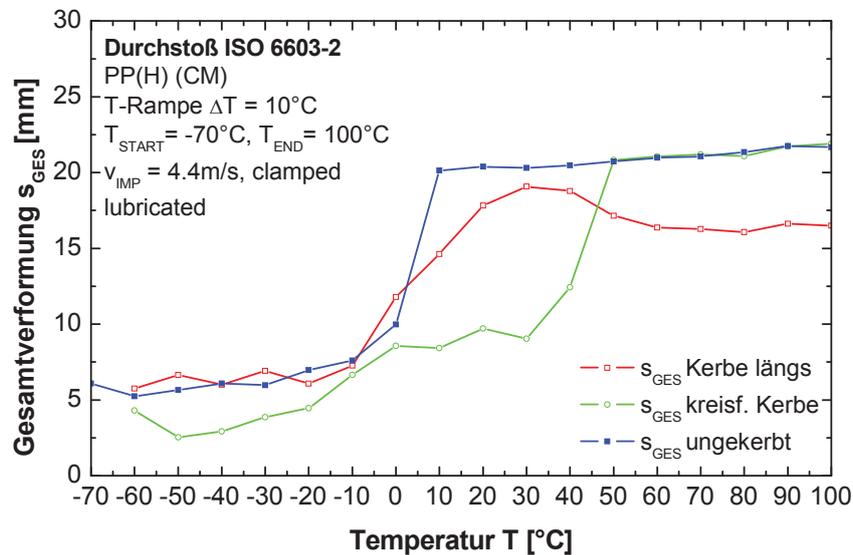


Abb. 4.27: Temperaturabhängiger Verlauf der Gesamtverformung von gepressten PP(H) Proben mit allen Kerbformen

Werkstoff PP(E)-T10

In **Abb. 4.28** sind die Verformungen von gekerbten und ungekerbten Prüfkörpern der Schlagbiegeprüfung über der Temperatur dargestellt.

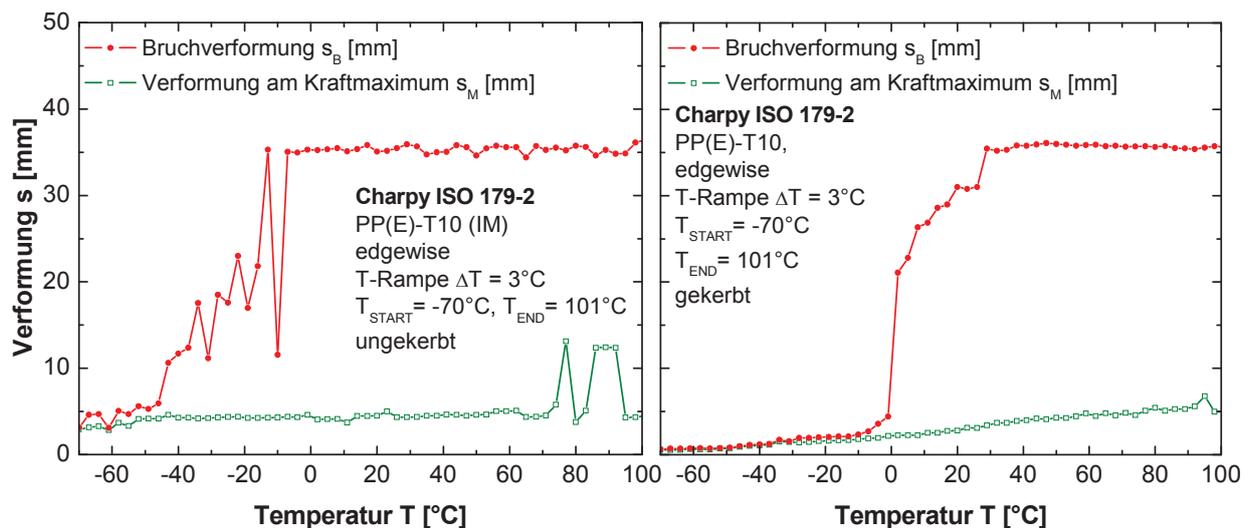


Abb. 4.28: Temperaturabhängiger Verlauf der Verformung beim Schlagbiegeversuch von PP(E)-T10 Spritzgussproben bei gekerbter und ungekerbter Prüfung

In Hochlage waren bei ungekerbten und gekerbten Prüfungen die Gesamtverformungen auf gleichen Niveaus konstant. Der Verlauf der Verformungen beim Kraftmaximum zeigte zwischen diesen beiden Versuchen jedoch Unterschiede. Während bei gekerbten Versuchen ein geringer Anstieg zu beobachten war, verlief diese Verformung bei den ungekerbten nahezu konstant.

Die Auswertung der Gesamtverformung von Durchstoßversuchen in Abhängigkeit der Temperatur des Werkstoffes PP(E)-T10 ist in **Abb. 4.29** dargestellt. Die ungekerbten Prüfungen ergaben erneut nahezu konstante Verformungswege ab dem Erreichen der Hochlage. In Analogie zur Auswertung der Durchstoßenergien wurde bei längs und quer gekerbten Probekörpern kein signifikanter Einfluss der Kerbrichtung auf die Gesamtverformung festgestellt, da dies durch feinere Rampenversuche widerlegt werden konnte. Der Verlauf der Gesamtverformung von kreisförmig gekerbten Probekörpern wies einen sehr großen Übergangsbereich auf.

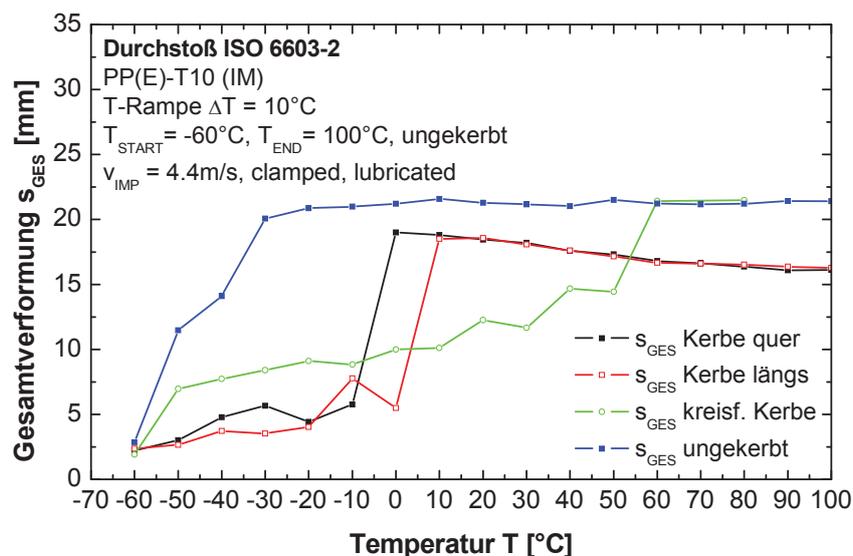


Abb. 4.29: temperaturabhängiger Verlauf der Gesamtverformung von PP(E)-T10 Spritzgussproben mit allen Kerbformen

Bereits in **Abb. 4.16** wurde darauf hingewiesen, dass duktile Brüche durch Fließversagen erst beim Erreichen der Werte von ungekerbten Prüfungen zu beobachten waren. Dieses Verhalten wurde auch in diesem Fall beobachtet, da ein Kerbeinfluss erst auszuschließen war, sobald sich dieselbe Querschnittsfläche wie bei einem ungekerbten Probekörper deformiert hatte.

Werkstoff PP(C)-T20

In **Abb. 4.30** sind die Ergebnisse der Verformung von Schlagbiegeversuchen in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt. In Analogie zu den beiden anderen Materia-

lien ergaben sich ähnliche Korrelationen. Bei ungekerbten Versuchen nahm die Bruchverformung nach Erreichen der Hochlage konstante Werte an. Bei den gekerbten Versuchen war ein minimaler Anstieg der Verformung beim Kraftmaximum zu beobachten, während bei den ungekerbten Prüfungen diese Verformung konstante Werte annahm. Aufgrund der zu gering gewählten oberen Temperaturgrenze des Rampenversuchs konnte bei gekerbten Probekörper keine eindeutige Hochlage gefunden werden.

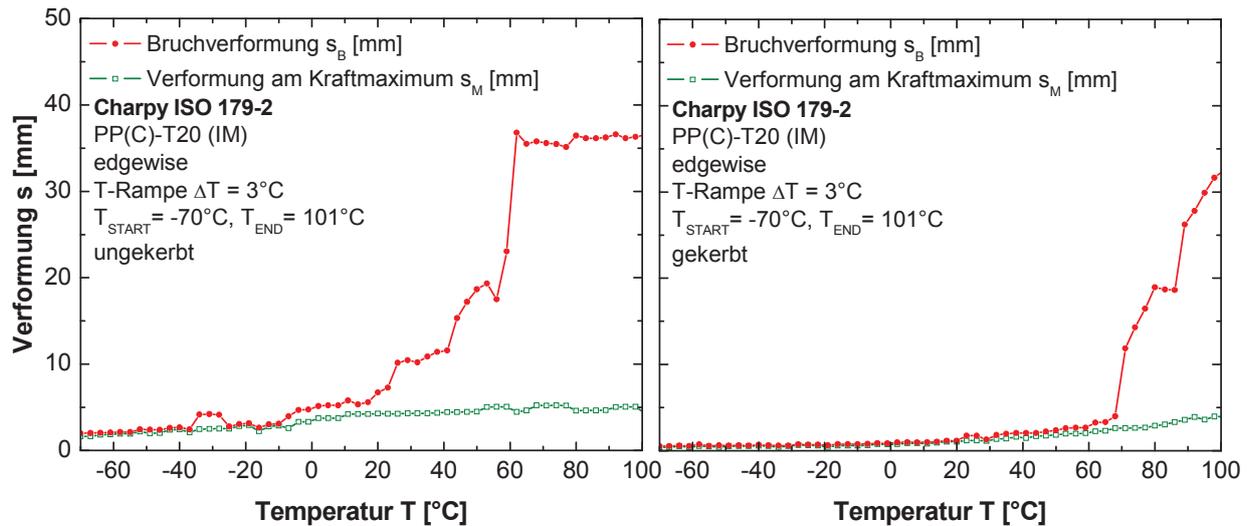


Abb. 4.30: Temperaturabhängiger Verlauf der Verformung beim Schlagbiegeversuch von PP(C)-T20 Spritzgussproben bei gekerbter und ungekerbter Prüfung

Die Ergebnisse der temperaturgeführten Durchstoßversuche von spritzgegossenen Prüfkörpern sind in **Abb. 4.31** dargestellt.

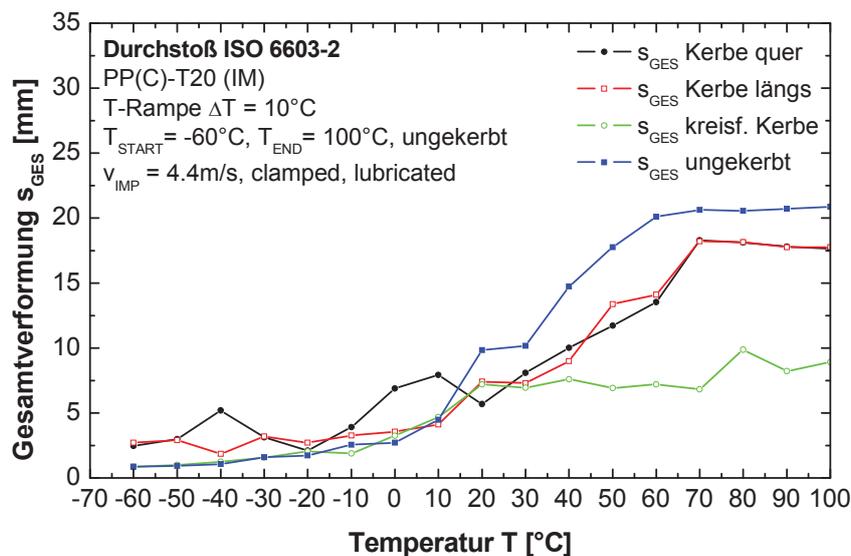


Abb. 4.31: Temperaturabhängiger Verlauf der Gesamtverformung von PP(C)-T20 Spritzgussproben mit allen Kerbformen

Die ungekerbten Prüfkörper zeigten in Hochlage konstante Verformungswerte und brachen duktil durch Fließversagen. Die längs und quer gekerbten Versuche wiesen zueinander keine Unterschiede in Lage und Steigung auf. Somit konnte ein möglicher Einfluss der Kerbrichtung in Analogie zu den Auswertungen der Durchstoßenergien widerlegt werden. Ein Vergleich von ungekerbten und längs bzw. quer gekerbten Prüfkörpern zeigt Korrelationen hinsichtlich des Anstieges der Gesamtverformung bei zunehmender Temperatur. Die kreisförmige Kerbe zeigte nur geringe Änderungen der Gesamtverformung bei steigenden Temperaturen.

(b) Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Bruch- und Gesamtverformung

Nachfolgend werden die Übergangstemperaturen nach der in Abschnitt 3.4.2 beschriebenen Methode dargestellt. Dabei wurden in Analogie zu den Auswertungen und Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Schlagzähigkeiten bzw. Durchstoßenergien ebenfalls Mittelwerte der Temperatur und der Bruch- bzw. Gesamtverformungen für die Bestimmung eruiert und mit diesen verglichen.

Werkstoff PP(H)

Die Auswertung der Ergebnisse von PP(H) Spritzgussproben in **Abb. 4.32** ergab für die gekerbte und ungekerbte Variante der Schlagbiegeprüfung nahezu identische Übergangstemperaturen im Vergleich zu den Auswertungen der (Kerb-) Schlagzähigkeitswerte. Aufgrund dieser Korrelation ist es nun möglich, diesen Übergangsbereich durch beide Auswertungen korrekt darzustellen. Die Ergebnisse der Gesamtverformungen von Durchstoßprüfungen wiesen jedoch Unterschiede auf.

Aufgrund tieferer Übergangstemperaturen, bestimmt aus den Gesamtverformungen, wurden diesem Werkstoff bessere Eigenschaften als durch die Auswertung der Durchstoßenergie zugewiesen. Trotzdem waren gewisse Korrelationen in Anbetracht der gewählten Kerbformen ersichtlich. Dieser Vergleich der Übergangstemperaturen von gekerbten und ungekerbten Durchstoßversuchen, bestimmt aus Durchstoßenergie und Gesamtverformung, zeigte mit Ausnahme der kreisförmig gekerbten Probekörper Abweichungen von maximal 10°C, sodass dieses Methode eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung der Übergangstemperatur ist.

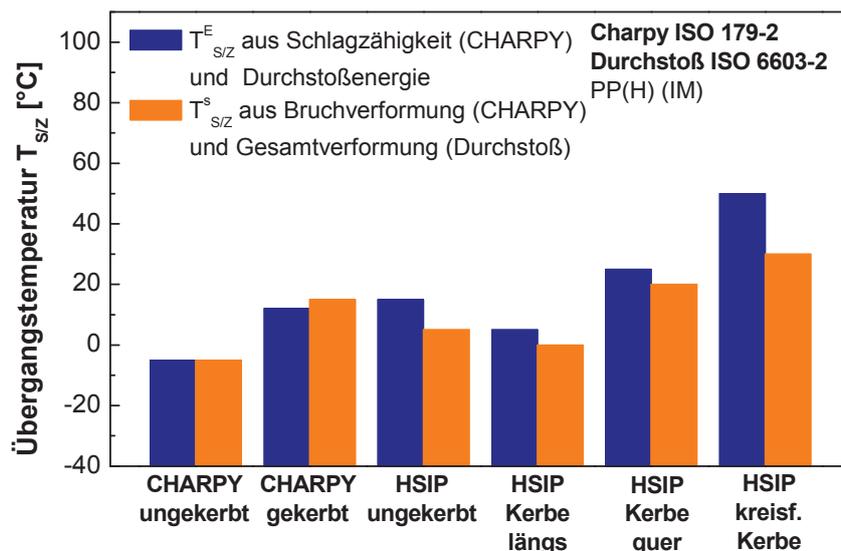


Abb. 4.32: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergänge aus Schlagbiege- und Durchstoßversuchen von PP(H) (IM) aus der Bruch- und Gesamtverformung im Vergleich zu den Übergangstemperaturen bestimmt aus Schlagzähigkeit und Durchstoßenergie

Die Ergebnisse der Charakterisierung von gepressten PP(H) Probekörpern sind in **Abb. 4.33** dargestellt. Diese zeigten nahezu den umgekehrten Trend im Vergleich zu den Spritzgussproben. Die Schlagbiegeversuche wiesen nun geringe Unterschiede im Vergleich der Übergangstemperaturen bestimmt aus Schlagzähigkeitswerten auf. Diese Methode weist dem Werkstoff schlechteres Materialverhalten zu als bei Auswertung der Bruchenergien.

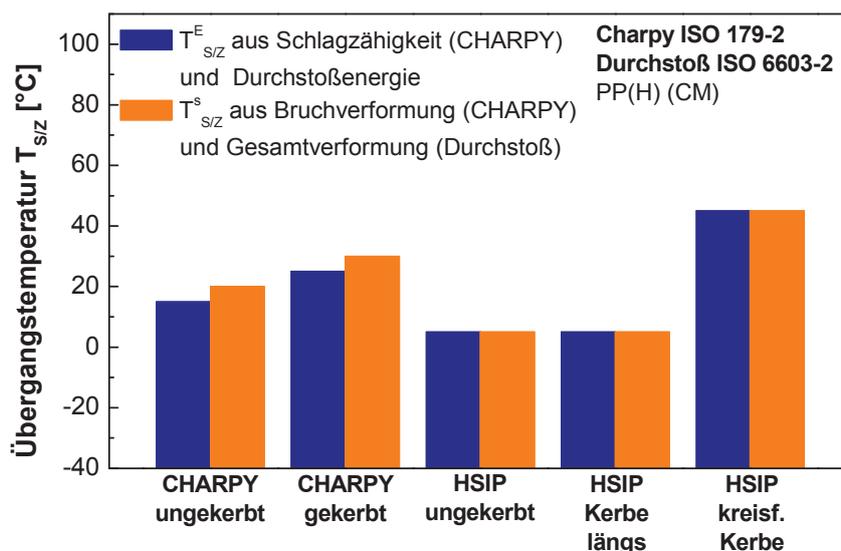


Abb. 4.33: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergänge aus Schlagbiege- und Durchstoßversuchen von PP(H) (CM) aus der Bruch- und Gesamtverformung im Vergleich zu den Übergangstemperaturen bestimmt aus Schlagzähigkeit und Durchstoßenergie

Die Auswertung der Gesamtverformung aus Durchstoßversuchen zeigte, wie gut diese verschiedenen Auswertemethoden bei diesem Werkstoff korrelierten. Sowohl ungekerbt als auch längs und kreisförmig gekerbt wurden identische Ergebnisse erzielt. Die Abweichung von 5°C aus dem Schlagbiegeversuch war als Streuung vertretbar und unterstrich erneut die Möglichkeiten dieses Konzeptes zur Bestimmung von Spröd/Zäh-Übergängen durch Auswertung und Beurteilung dieser verschiedenen Parameter.

Werkstoff PP(E)-T10

Die Ergebnisse dieser Auswertung nach der Gesamt- und Bruchverformung von spritzgegossenen PP(E)-T10 Prüfkörpern zeigte ein völlig neues Bild. Wie in **Abb. 4.34** ersichtlich, zeigen nahezu alle Ergebnisse mit gekerbten Prüfkörpern (außer kreisförmige Kerbe) sehr gute Korrelationen im Vergleich zur Auswertung der Schlagzähigkeiten und Durchstoßenergien. Somit wurde erneut bestätigt, dass dieser Werkstoff auf Kerben sehr empfindlich reagierte. Die Schlagbiegeversuche unterschieden sich lediglich mit einer Differenz von 10°C.

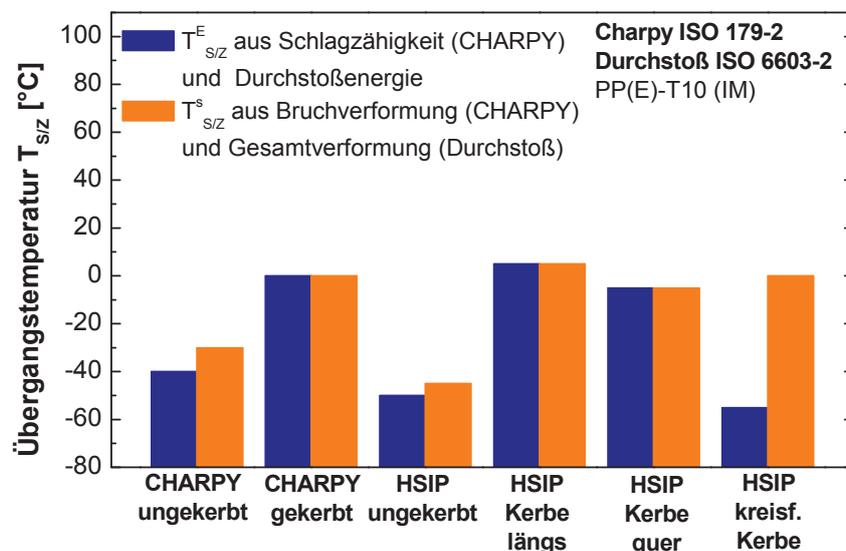


Abb. 4.34: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergänge aus Schlagbiege- und Durchstoßversuchen von PP(E)-T10 (IM) aus der Bruch- und Gesamtverformung im Vergleich zu den Übergangstemperaturen bestimmt aus Schlagzähigkeit und Durchstoßenergie

Somit kann mit diesem Ergebnis argumentiert werden, dass bei bestimmten Materialien es möglich ist, eine Spröd/Zäh-Übergangstemperatur aus beiden Parametern zu bestimmen, ohne dass dabei die Abweichungen zueinander signifikanten Einfluss auf das Ergebnis hat.

Werkstoff PP(C)-T20

Die Ergebnisse dieser Untersuchung bei PP(C)-T20 wiesen ebenfalls geringe Unterschiede der Übergangstemperaturen im Vergleich zu den Resultaten aus den Schlagbiege- und Durchstoßversuchen auf. Die Differenzen dieser beiden Auswertemethoden beschränkten sich auf einen Unterschied von maximal 15°C. Somit konnte auch mit diesem Werkstoff nachgewiesen werden, dass diese Methode als Möglichkeit zur Bestimmung eines Spröd/Zäh-Übergang funktionierte. In **Abb.4.35** sind die Ergebnisse der Versuche mit diesem Werkstoff dargestellt.

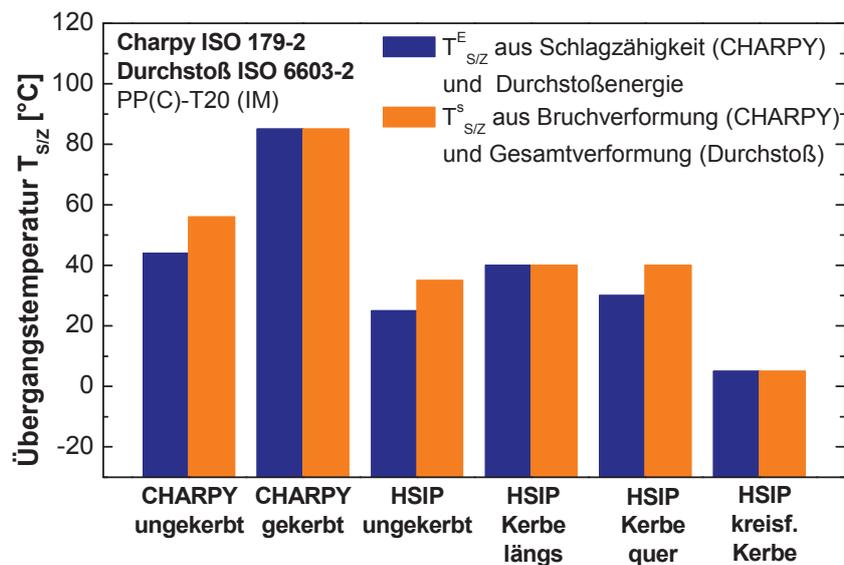


Abb. 4.35: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergänge aus Schlagbiege- und Durchstoßversuchen von PP(C)-T20 (IM) aus der Bruch- und Gesamtverformung im Vergleich zu den Übergangstemperaturen bestimmt aus Schlagzähigkeit und Durchstoßenergie

Werden nun die Ergebnisse aller Werkstoffe hinsichtlich dieser Auswertemethode verglichen, so merkt man teilweise geringe Unterschiede in den eruierten Werten. Für eine fundamentale Berechnung der Spröd/Zäh-Übergangstemperatur aus Bruch- und Gesamtverformung in Abhängigkeit der Temperatur ergeben sich somit nun neue Möglichkeiten zu Charakterisierung des Werkstoffverhaltens. Trotz dieser geringen Differenzen wurden im folgenden Kapitel noch weiter Charakteristika des Übergangs untersucht, um diese These zu stützen. Erst wenn die Auswertung von verschiedenen Parametern korrelierende Ergebnisse aufweisen, wäre eine fundamentale Bestimmung der Übergangstemperatur gelungen.

4.2.3 Auswertung nach Energie und Verformung nach dem Kraftmaximum

Für die Bestimmung des Spröd/Zäh-Überganges wurden bei dieser Methode die Verformungswege und, in integrierter Form, die Energiebeiträge nach dem Erreichen des Kraftmaximums untersucht. Da duktiler Verhalten sich durch Fließen nach dem Kraftmaximum kennzeichnete, konnte durch Differenzbildung der Verformungswege und der berechneten Energien ebenfalls eine Übergangstemperatur bestimmt werden. Im folgenden Abschnitt wurden sämtliche Werkstoffe nach dieser Methode untersucht und anschließend mit den Übergangstemperaturen bestimmt aus Schlagzähigkeiten und Durchstoßenergien verglichen. Die dabei eruierte Übergangstemperatur bezog sich auf die einsetzende Energie- bzw. Verformungsänderung ab dem Kraftmaximum durch das Auftreten von Fließvorgängen.

(a) Temperaturabhängigkeit der Energie- und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum

Werkstoff PP(H)

Der Verlauf dieser Differenzen der Energien und Verformungen nach dem Kraftmaximum von spritzgegossenen PP(H) Schlagbiegeproben ist in **Abb. 4.36** dargestellt.

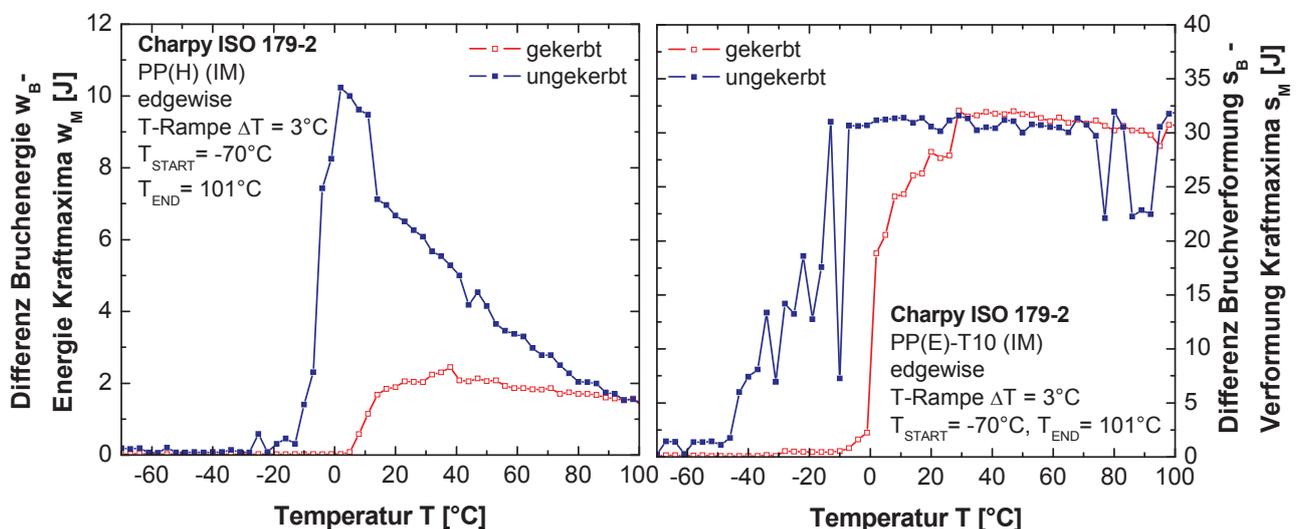


Abb. 4.36: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Schlagbiegeversuchen von PP(H) (IM) durch Auswertung der Energie- und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum

Dabei wurden erneut die unterschiedlichen Übergangstemperaturen von gekerbten und ungekerbten Versuche festgestellt. Die Auswertung der Energien zeigte bei ungekerbten Prüfungen einen deutlicheren Anstieg im Übergangsbereich im Vergleich zu den gekerbten Prüfungen, welcher dann stark abfiel. Die Differenzen der Verfor-

mungen zeigten hingegen nahezu gleiches Verhalten. Die ungekerbten Versuche mit etwas tieferem Spröd/Zäh-Übergang hatten im Vergleich zu den gekerbten Versuchen nahezu identische Verformungen. Weiters wurde festgestellt, dass ungekerbte Proben in Hochlage (ab 2°C) durchgezogen wurden und somit keinen Bruch aufwiesen (nach ISO 179-1 und ISO 179-2). Die gekerbten Proben wiesen ab 8°C Teilbruch als Versagensform nach ISO 179-1 auf, was das Ende der Tieflage charakterisierte. Die Hochlage wurde bei 26°C mit Teilbruchbildung nach ISO 179-2 erreicht.

Die Ergebnisse dieser Analyse von gepressten PP(H) Probekörpern sind in **Abb. 4.37** dargestellt. Sowohl die Auswertungen der Energien als auch der Verformungen zeigten wiederum, dass ungekerbte Prüfkörper eine tiefere Spröd/Zäh-Übergangstemperatur aufwiesen als gekerbte Prüfkörper. Ansonsten wurden relativ ähnliche Verläufe zu den spritzgegossenen Materialversuchen mit PP(H) festgestellt. Die Energiedifferenz zwischen gekerbten und ungekerbten Proben korrelierte in Form bei tieferer Lage ebenso wie die Verformungsdifferenz, einzig der Übergangsbereich war stärker ausgeprägt.

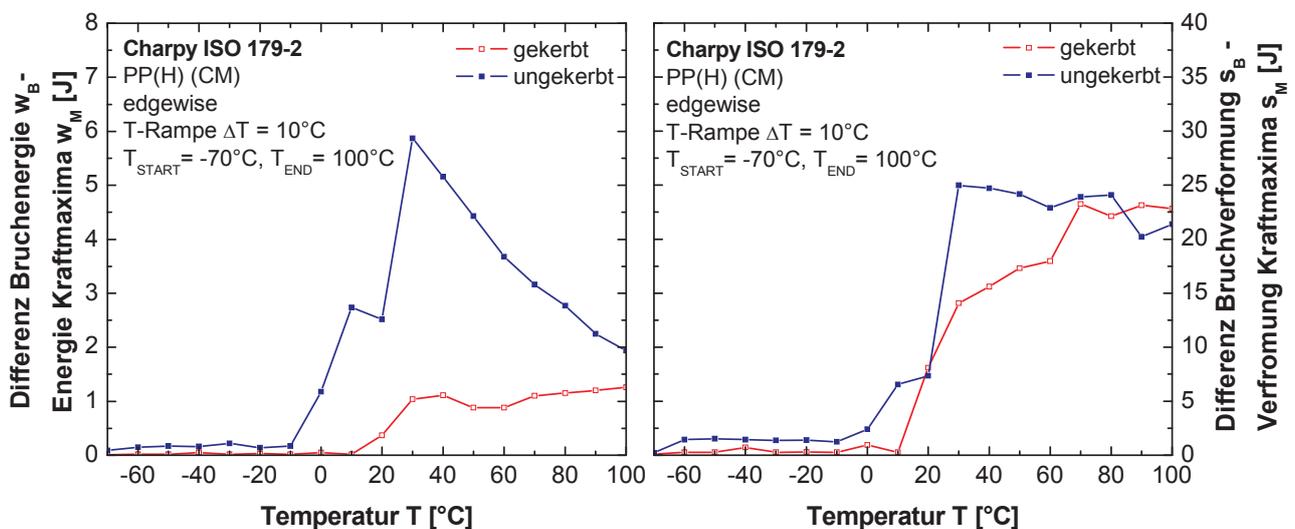


Abb. 4.37: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Schlagbiegeversuchen von PP(H) (CM) durch Auswertung der Energie- und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum

Die Ergebnisse von spritzgegossenen Versuche mit Durchstoßproben sind in **Abb. 4.38** dargestellt. Bei beiden Auswertungen wurde eine gute Korrelation der Übergangstemperaturen festgestellt.

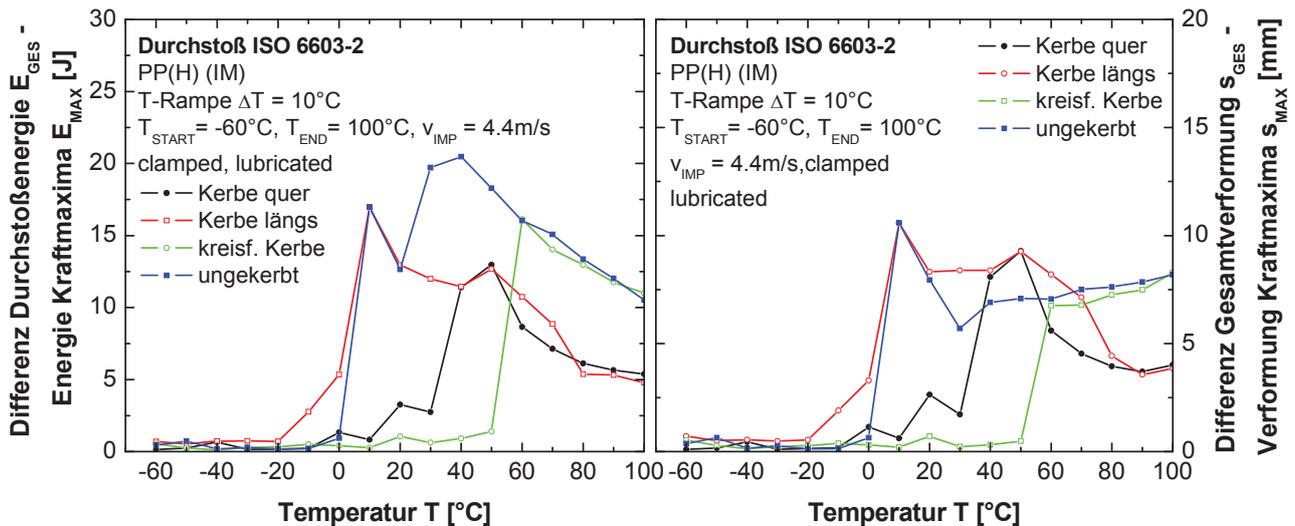


Abb. 4.38: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Durchstoßversuchen von PP(H) (IM) durch Auswertung der Energie- und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum

In Hochlage waren die Unterschiede und Einflüsse auf die Versagensart erneut gut zu erkennen. Im Vergleich zur Auswertung nach Abschnitt 4.1.1 (Punkt a) wurden die Einflüsse der Bereiche nach dem Kraftmaximum deutlich, da die Maximalwerte dieser Energie- bzw. Verformungsdifferenzen weniger als die Hälfte der Durchstoßenergien bzw. Gesamtverformungen ausmachten. Doch für eine Abschätzung der Tendenzen ist eine Bestimmung der Durchstoßenergien bei 50% Abfall der Kraft ausreichend. Der Einfluss dieses Bezugspunktes zur Gesamtenergieberechnung wurde bereits in Abschnitt 4.1 nachgewiesen und für ausreichend befunden.

Die Auswertung der Energiedifferenzen von PP(H) Durchstoßproben zeigte ähnliches Verhalten im Vergleich zu den bereits bekannten Ergebnissen aus Abschnitt 4.1.1 (Punkt a). Ungekerbte und längs gekerbte Prüfkörper wiesen ähnliche Verläufe auf, einzig die Hochlage dieser beiden unterschied sich aufgrund der unterschiedlichen Bruchformen. Längs und quer gekerbte Versuche hatten ähnliche Verläufe in Hochlage. Die kreisförmig gekerbten Prüfungen wiesen erneut gleiche Energiewerte in Hochlage im Vergleich zu den ungekerbten Versuchen auf. Dies bestätigte die Annahme, dass die Kerbe keinen Einfluss auf die Versagensart hatte.

Aufgrund größerer Verformungsdifferenzen unterschieden sich längs und quer gekerbten Prüfkörper im Vergleich zu den ungekerbten Prüfungen bei 20°C bis 60°C durch größere Werte. Die kreisförmigen Proben wiesen in Hochlage wiederum die gleichen Verformungswerte wie ungekerbte auf.

Bei den gepressten Durchstoßversuchen in **Abb. 4.39** wurden erneut einige Korrelationen festgestellt. Im Übergangsbereich ergaben sich sehr gute Übereinstimmungen in beiden Auswertungen von ungekerbten und längs gekerbten Probekörpern. Im Vergleich zu den spritzgegossenen Prüfungen wiesen die längs gekerbten Versuche erneut größere Verformungsdifferenzen in der Hochlage auf. Die kreisförmig gekerbten Proben in Hochlage zeigten erneut identische Energie- bzw. Verformungsdifferenzen im Vergleich mit den ungekerbten Prüfungen.

Wiederum ist im Vergleich mit den Ergebnissen aus Abschnitt 4.1.1 (Punkt a) zu erkennen, wie gering der Einfluss des Geschehens nach dem Kraftmaxima auf das Gesamtergebnis ist.

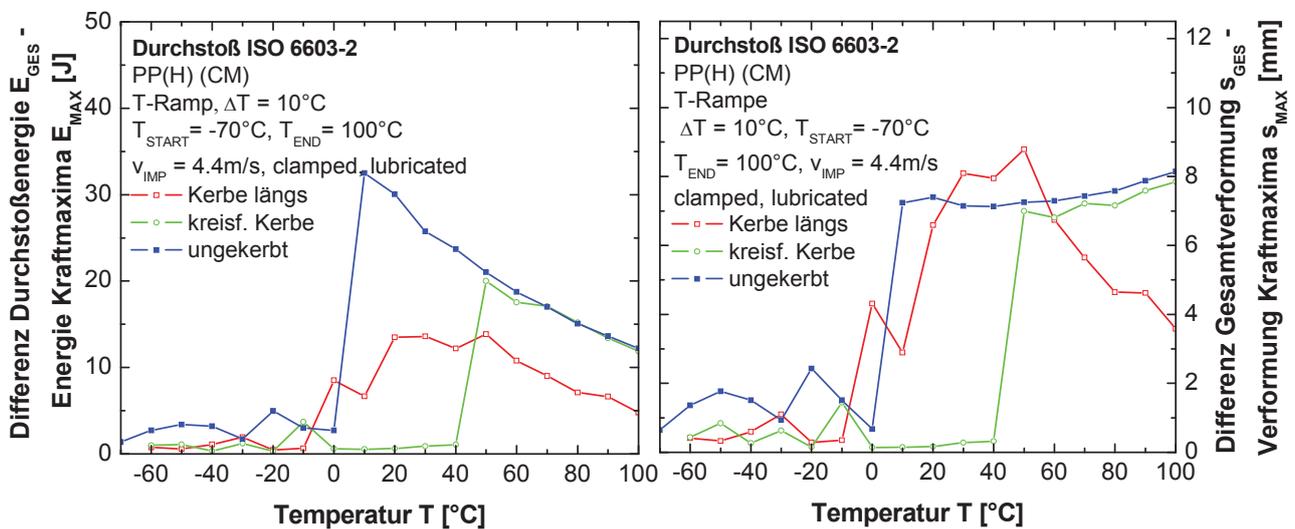


Abb. 4.39: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Durchstoßversuchen von PP(H) (CM) durch Auswertung der Energie- und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum

Werkstoff PP(E)-T10

Der Verlauf dieser Differenzen von Energien und Verformungen nach dem Kraftmaximum von spritzgegossenen PP(E)-T10 Schlagbiegeproben ist in **Abb. 4.40** dargestellt. Wiederum waren die unterschiedlichen Übergangstemperaturen von gekerbten und ungekerbten Proben deutlich erkennbar. Die Auswertung der Energiedifferenzen zeigte bei gekerbten Proben einen stärkeren Anstieg bei tieferen Temperaturen im Vergleich zu den ungekerbten Prüfungen. Die Ergebnisse aus der Analyse der Verformungsdifferenzen zeigten ebenfalls gute Korrelationen und wiesen in Hochlage nahezu identische Niveaus auf.

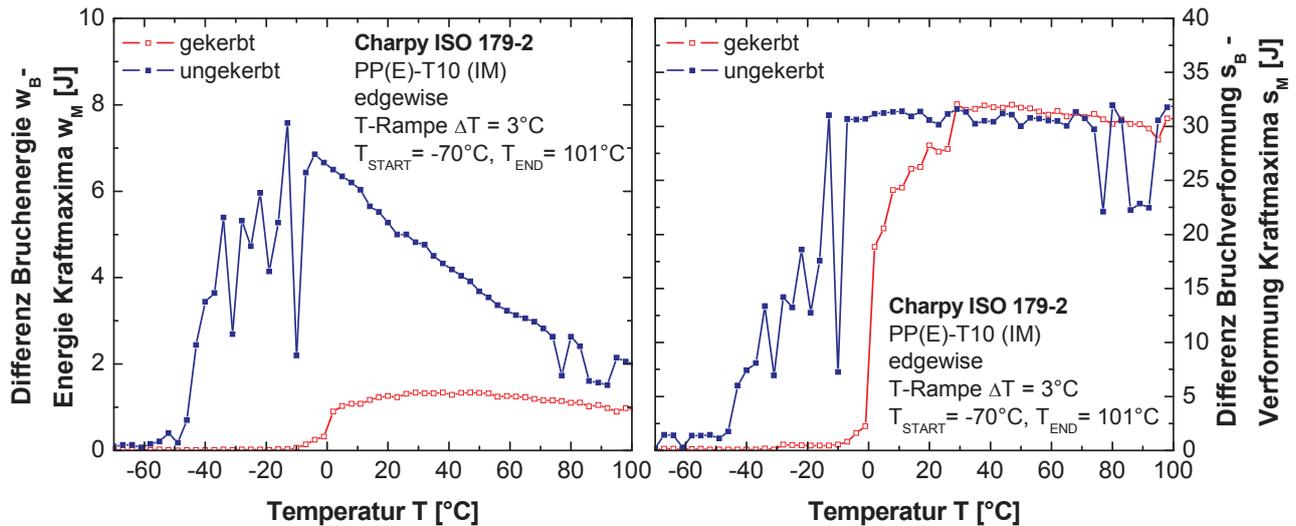


Abb. 4.40: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Schlagbiegeversuchen von PP(E)-T10 (IM) durch Auswertung der Energie- und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum

Bei ungekerbten Versuchen stabilisierten sich beide Verläufe in der Hochlage erst bei Auftreten von „No Break“- Bruchtypen (Prüfkörper wird durchgezogen). Bei gekerbten Prüfkörpern gab es hierbei Unterschiede. Bei der Auswertung der Energiedifferenzen war der Beginn des Übergangsbereichs durch das erstmalige Auftreten von Teilbrüchen aus der Bruchbildbeurteilung nach ISO 179-1 ersichtlich. Die Analyse der Verformungsdifferenzen hingegen zeigte den Beginn der Hochlage durch das erstmalige Auftreten von Teilbrüchen aus der Messkurvenbeurteilung nach ISO 179-2 an, welche um mehr als 25°C hin zu höheren Temperaturen verschoben war. Dieses Charakteristikum wurde ebenfalls in der Auswertung von PP(H) gefunden.

Die Ergebnisse der Versuche mit PP(E)-T10 Durchstoßproben sind in **Abb. 4.41** dargestellt. Im Vergleich wurden erneut gute Korrelationen zwischen beiden Auswertungsmethoden festgestellt. Wiederum war im Vergleich zur Auswertung nach Abschnitt 4.1.1. (Punkt a) der geringe Einfluss der Vorgänge nach dem Kraftmaximum erkennbar, da die Maximalwerte dieser Energie- bzw. Verformungsdifferenzen weniger als die Hälfte der Durchstoßenergien bzw. Gesamtverformungen ausmachten.

Die ungekerbten Versuche zeigten gute Übereinstimmungen in den Übergangsbereichen. Die längs und quer gekerbten Prüfkörper wiesen erneut Korrelationen auf, einzig der Beginn der Hochlagen unterschied sich. Die kreisförmig gekerbten Proben zeigten in ihrer Hochlage erneut identische Energie- bzw. Verformungsdifferenzen und bestätigten somit, dass die Kerbe bei diesen Temperaturen keinen Einfluss auf die Versagensart hatte.

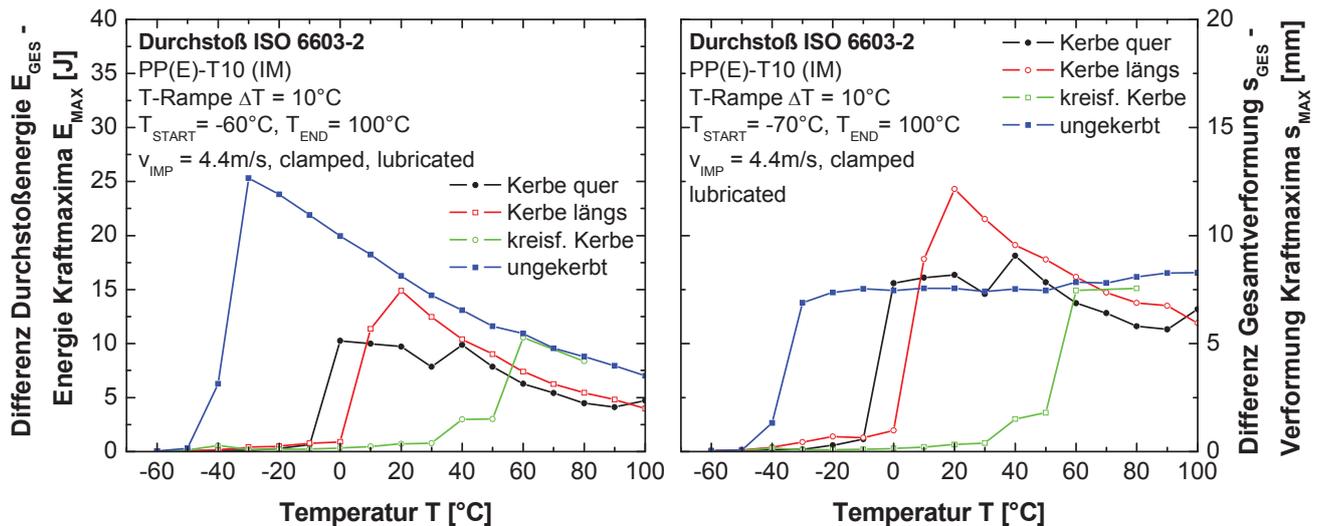


Abb. 4.41: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Durchstoßversuchen von PP(E)-T10 (IM) durch Auswertung der Energie- und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum

Werkstoff PP(C)-T20

Der Verlauf dieser Differenzen nach dem Kraftmaximum von spritzgegossenen PP(C)-T20 Schlagbiegeproben ist in **Abb. 4.42** dargestellt. Bei diesem Werkstoff wurde erneut eine tiefere Übergangstemperatur von ungekerbten Prüfkörpern im Vergleich zu den gekerbten Versuchen festgestellt.

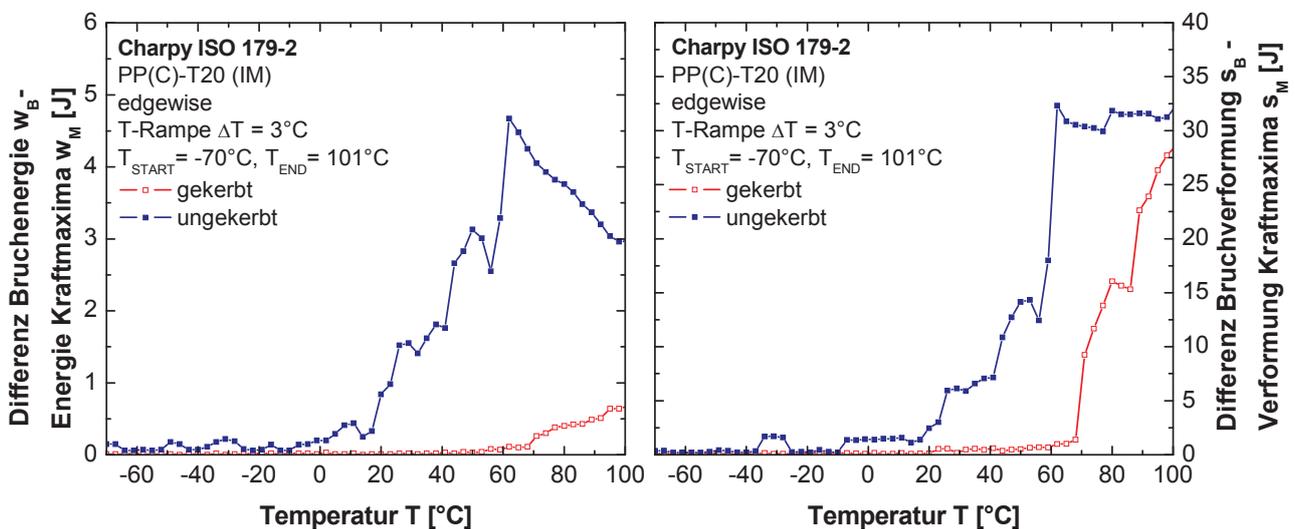


Abb. 4.42: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Schlagbiegeversuchen von PP(C)-T20 (IM) durch Auswertung der Energie- und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum

Erneut konnte der Übergang durch Begutachtung der Messkurven und Bruchbilder bestätigt werden, wie bereits zuvor bei beiden anderen Werkstoffen dies beschrieben

wurde. Der Verlauf der Energie- bzw. Verformungsdifferenzen von ungekerbten Prüfkörpern stabilisierte sich nach Erreichen der Hochlage durch Ausbildung von „No Break“ Bruchtypen nach ISO 179-2, welche ab 62°C auftraten. Bei den gekerbten Proben wurde der Beginn des Übergangs durch Ausbildung von Teilbrüchen nach ISO 179-1 festgestellt. Jedoch konnte die Hochlage nicht eindeutig bestimmt werden, da bei der oberen Temperaturgrenze des Rampenversuchs noch keine Plateaubildung beobachtet wurde.

Die Ergebnisse der Versuche mit PP(C)-T20 Durchstoßproben sind in **Abb. 4.43** dargestellt. Erneut bestätigte sich die gute Korrelation der beiden Auswertemethoden zur Bestimmung einer Spröd/Zäh-Übergangstemperatur.

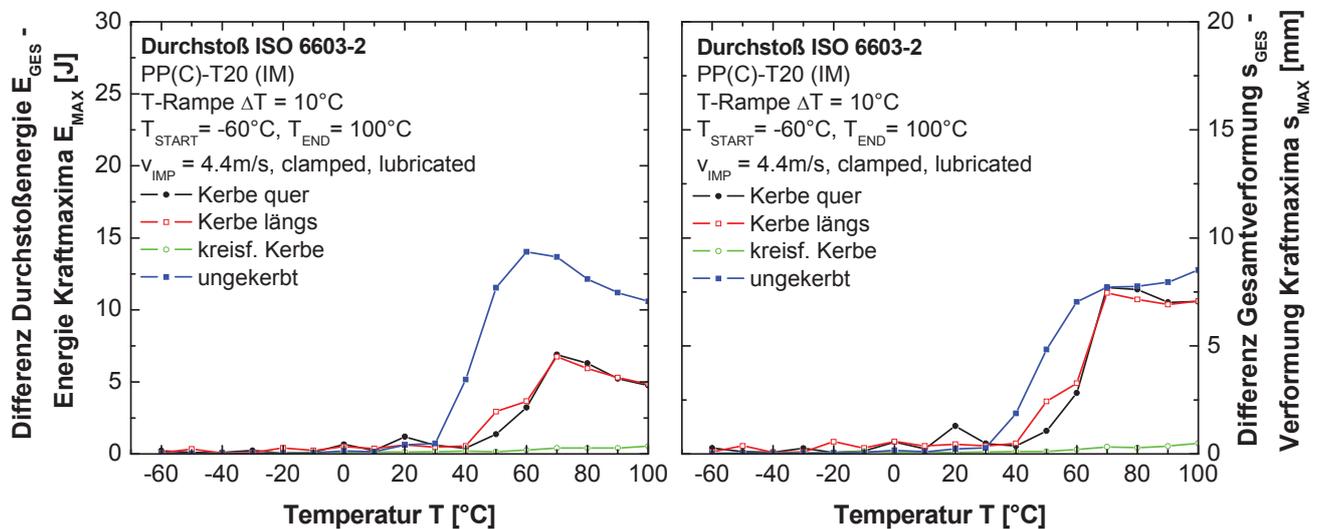


Abb. 4.43: Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Durchstoßversuchen von PP(C)-T20 (IM) durch Auswertung der Energie- und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum

Die Auswertung nach den Energiedifferenzen spiegelte die unterschiedlichen Versagensformen von ungekerbten und gekerbten Probekörpern wider. Im Vergleich dazu wies die Auswertung der Verformungsdifferenzen darauf hin, dass die entstandenen Deformationen relativ unabhängig von Kerben (außer der kreisförmigen Kerben) ähnliche Ergebnisse erzielten und somit der Einfluss auf die Spröd/Zäh-Übergangstemperatur gering ausfiel. Die Analyse der kreisförmig gekerbten Probekörper zeigte, dass mit diesem Kerbtypus keine plastische Verformung nach gewählter Definition nachzuweisen war. Die Ergebnisse aus den Messkurvenauswertungen bestätigten dieses Verhalten.

(b) Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs aus Energie- und Verformungsbeträge nach dem Kraftmaximum

Im folgenden Teil der Arbeit wurden Übergangstemperaturen nach der in Abschnitt 3.4.3 beschriebenen Methode bestimmt. Dabei wurden Differenzen aus Bruch- bzw. Durchstoßenergie und Energie am Kraftmaximum einerseits und Bruch- bzw. Gesamtverformung und Verformung am Kraftmaximum andererseits gebildet. Durch Auftragung über der Temperatur und Bestimmung des Übergangs konnte somit erneut ein Kriterium zur Beurteilung gefunden werden, da duktiles Verhalten sich durch Fließen nach dem Kraftmaximum kennzeichnete.

Werkstoff PP(H)

Die Ergebnisse der spritzgegossenen PP(H) Proben sind in **Tabelle 4.2** dargestellt.

Tabelle 4.2: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen in Schlagbiegeprüfungen und Durchstoßversuchen mit PP(H) (IM)

PP(H) (IM) Spröd/Zäh-Übergangs- Temperatur $T_{s/z}$ [°C]		Charpy		Durchstoß			
		ungekerbt	gekerbt	ungekerbt	Kerbe längs	Kerbe quer	kreisf. Kerbe
Schlagzähigkeit	$T_{s/z}^E$	-5	12	15	5	25	50
Durchstoßenergie							
Bruchverformung	$T_{s/z}^s$	-5	15	5	0	20	30
Gesamtverformung							
Differenz Energie	$T_{s/z}^{\Delta E}$	-13	5	0	-20	10	50
Differenz Verformung	$T_{s/z}^{\Delta s}$	-10	5	0	-20	10	50

Im Vergleich dieser beiden Auswertemethoden wurden sehr gute Korrelationen festgestellt. Die Differenzen, berechnet aus den Energien und den Verformungen, wiesen nahezu vollständige Übereinstimmungen auf. Im Vergleich zu den Übergangstemperaturen berechnet aus Schlagzähigkeiten bzw. Durchstoßenergien und Bruch- bzw. Gesamtverformungen lagen die Ergebnisse mit Ausnahme der kreisförmig gekerbten Versuchen bei tieferen Temperaturen. Mit dieser Auswertemethodik konnte somit bestätigt werden, dass bei diesem Werkstoff der Beginn von duktilem Bruch-

versagen vor der Übergangstemperatur auftrat. In **Abb. 4.44** sind diese Ergebnisse grafisch gegenübergestellt.

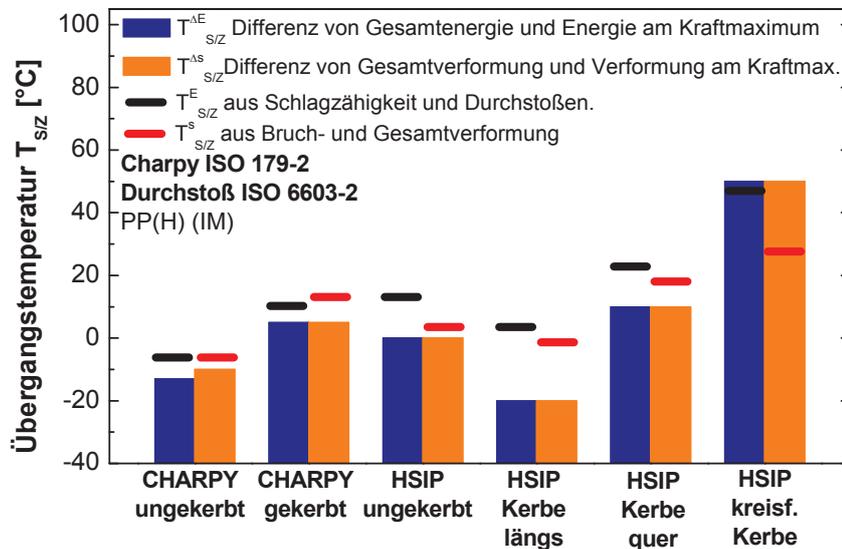


Abb. 4.44: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergänge von PP(H) Spritzgussproben durch Auswertung der Differenz von Bruch- bzw. Gesamtverformung und Verformung am Kraftmaximum

Im Vergleich dazu wiesen die gepressten PP(H) Proben ähnliche Verhältnisse auf.

Tabelle 4.3 stellt die Ergebnisse dieser Versuchsreihe dar.

Tabelle 4.3: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen in Schlagbiegeprüfungen und Durchstoßversuchen mit PP(H) (CM)

PP(H) (CM)		Charpy		Durchstoß		
Spröd/Zäh-Übergangstemperatur $T_{s/z}$ [°C]		ungekerbt	gekerbt	ungekerbt	Kerbe längs	kreisf. Kerbe
Schlagzähigkeit	$T_{s/z}^E$	15	25	5	5	45
Durchstoßenergie						
Bruchverformung	$T_{s/z}^S$	25	30	5	5	45
Gesamtverformung						
Differenz Energie	$T_{s/z}^{AE}$	-10	10	0	-10	40
Differenz Verformung	$T_{s/z}^{As}$	-10	10	0	-10	40

Alle eruierten Übergangstemperaturen bestimmt mit dieser Methode aus der Analyse der Energie- und Verformungsdifferenzen hatten identische Werte. In **Abb. 4.45** dargestellt, ergaben sich Spröd/Zäh-Übergänge bei tieferen Temperaturen als jene der errechneten Übergangstemperaturen. Die Abweichungen waren jedoch bei den Schlagbiegeversuchen größer als im Vergleich zu den Durchstoßversuchen. Somit konnte ebenfalls bestätigt werden, dass duktile Brüche bereits vor diesen Übergangstemperaturen stattfanden.

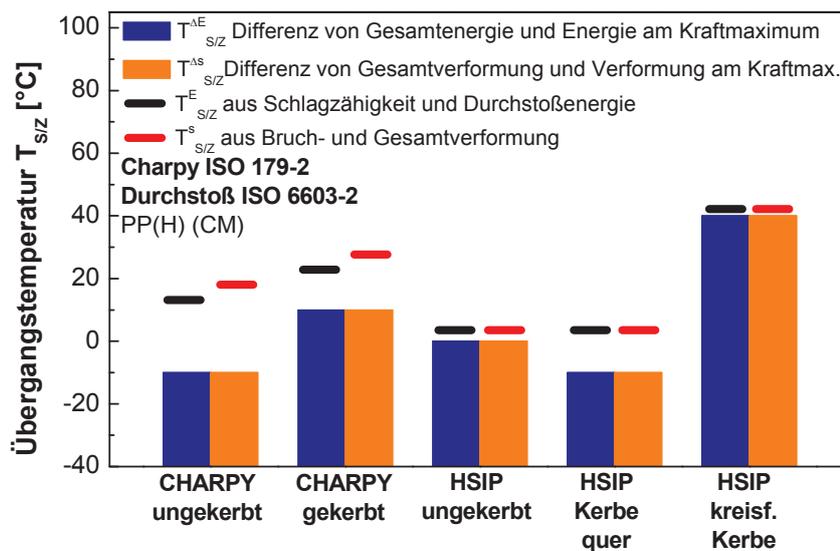


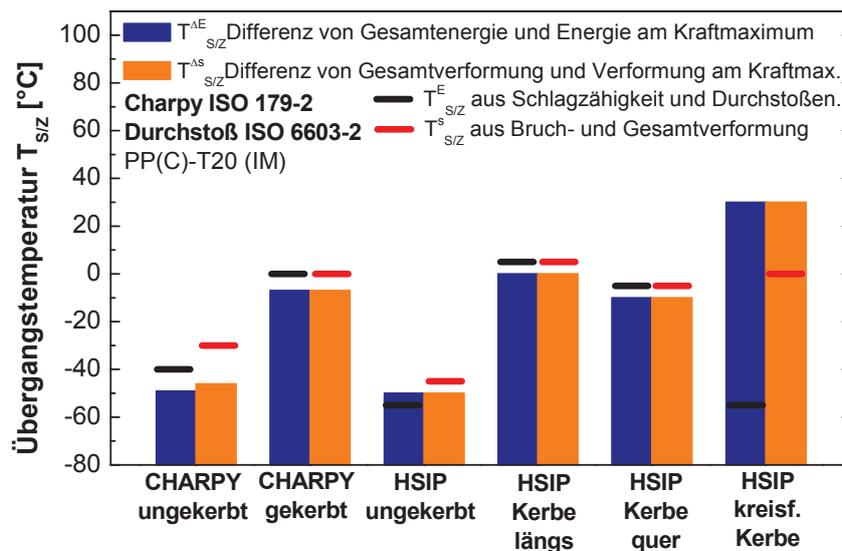
Abb. 4.45: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergänge von gepressten PP(H) Proben durch Auswertung der Differenz von Bruch- bzw. Gesamtverformung und Verformung am Kraftmaximum

Werkstoff PP(E)-T10

Die Auswertung von PP(E)-T10 Prüfkörpern ergab eine noch bessere Korrelation der Ergebnisse hinsichtlich der Übereinstimmung mit den Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen berechnet aus Schlagzähigkeiten und Durchstoßenergien, welche in **Tabelle 4.4** dargestellt sind. Mit Ausnahme der kreisförmig gekerbten Proben wurde eine nahezu vollständig Übereinstimmung festgestellt, wobei die Abweichungen aus den Übergängen der Verformungsdifferenzen sich auf 5°C beschränkten. Dieser Werkstoff brach mit duktilem Versagen im Übergangstemperaturbereich und erfüllte somit nahezu vollständig die Grundideen dieses Konzeptes, dass ab der Übergangstemperatur Fließversagen dominiert. In **Abb. 4.46** sind die Ergebnisse grafisch dargestellt. Anhand dieses Werkstoffes konnte somit bestätigt werden, dass diese Methode ein Kriterium für die Beurteilung der Übergangstemperatur sein kann.

Tabelle 4.4: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen in Schlagbiegeprüfungen und Durchstoßversuchen mit PP(E)-T10 (IM)

PP(E)-T10 (IM) Spröd/Zäh-Übergangs-Temperatur $T_{S/Z}$ [°C]		Charpy		Durchstoß			
		ungekerbt	gekerbt	ungekerbt	Kerbe längs	Kerbe quer	kreisf. Kerbe
Schlagzähigkeit	$T_{S/Z}^E$	-40	0	-55	5	-5	-55
Durchstoßenergie							
Bruchverformung	$T_{S/Z}^s$	-30	0	-45	5	-5	0
Gesamtverformung							
Differenz Energie	$T_{S/Z}^{\Delta E}$	-49	-7	-50	0	-10	30
Differenz Verformung	$T_{S/Z}^{\Delta s}$	-46	-7	-50	0	-10	30

**Abb. 4.46:** Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergänge von PP(E)-T10 Spritzgussproben durch Auswertung der Differenz von Bruch- bzw. Gesamtverformung und Verformung am Kraftmaximum

Werkstoff PP(C)-T20

Die Ergebnisse der PP(C)-T20 Proben sind in **Tabelle 4.5** dargestellt. Im Vergleich der Auswertemethode mit den eruierten Übergangstemperaturen wurden gute Korrelationen im Durchstoßversuch festgestellt, da, mit Ausnahme der kreisförmig gekerbten Versuche, sich sämtliche Ergebnisse in einer Bandbreite mit maximal 10°C Abweichung befanden. Weiters war kein relevanter Einfluss der Kerben auf den Über-

gangsbereich erkennbar. Diese gute Übereinstimmung konnte jedoch bei den Schlagbiegeprüfungen nicht nachgewiesen werden, da größere Abweichungen zu den Übergangstemperaturen aus Energie und Verformung festgestellt wurden. **Abb. 4.47** zeigt grafisch die Ergebnisse dieser Versuchsreihen.

Tabelle 4.5: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen in Schlagbiegeprüfungen und Durchstoßversuchen mit PP(C)-T20 (IM)

PP(C)-T20 (IM) Spröd/Zäh-Übergangs-Temperatur $T_{s/z}$ [°C]		Charpy		Durchstoß			
		ungekerbt	gekerbt	ungekerbt	Kerbe längs	Kerbe quer	kreisf. Kerbe
Schlagzähigkeit	$T_{s/z}^E$	44	85	25	40	30	5
Durchstoßenergie							
Bruchverformung	$T_{s/z}^s$	56	85	35	40	40	5
Gesamtverformung							
Differenz Energie	$T_{s/z}^{\Delta E}$	17	69	30	40	40	n/a
Differenz Verformung	$T_{s/z}^{\Delta s}$	17	66	30	40	40	n/a

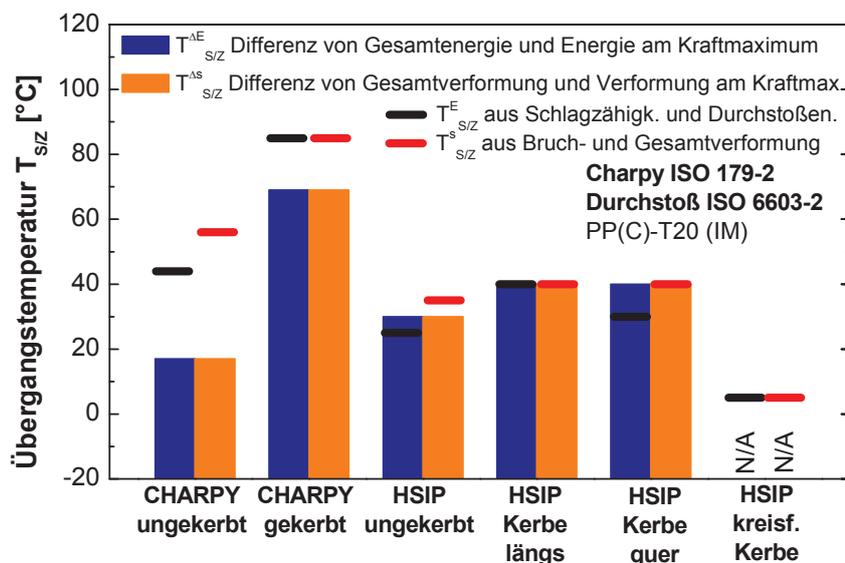


Abb. 4.47: Bestimmung der Spröd/Zäh-Übergänge von PP(C)-T20 Spritzgussproben durch Auswertung der Differenz von Bruch- bzw. Gesamtverformung und Verformung am Kraftmaximum

Zusammenfassend konnte festgehalten werden, dass duktile Bruchverhalten bei Durchstoßversuchen bei der Übergangstemperatur, berechnet aus Energie und Verformung, auftrat. Im Vergleich dazu waren diese Abweichungen beim Schlagbiegeversuch bedeutend größer, was darauf zurückzuführen war, dass duktile Bruchtypen bereits vor diesem Übergang auftraten. Somit war es erneut möglich, das duktile Werkstoffverhalten im Übergangsbereich so zu charakterisieren, dass die Ergebnisse dieser Methode plausibel und vergleichbar zu den weiteren Möglichkeiten waren.

4.2.4 Kerbeinflüsse beim Schlagbiege- und Durchstoßversuch

Die Ergebnisse der verwendeten Methoden für die Bestimmung einer Spröd/Zäh-Übergangstemperatur in den Abschnitten 4.2.1 bis 4.2.3 ergaben unterschiedliche Korrelationen und Gemeinsamkeiten des Kerbeinflusses, welche im folgenden Kapitel im Vergleich zu ungekerbten Versuchen zusammengefasst sind.

Schlagbiegeprüfung

Die Ergebnisse der Schlagbiegeprüfung ergaben im Vergleich aller Methoden einige Zusammenhänge. Die ungekerbten Versuche brachen immer bei tieferen Übergangstemperaturen als die gekerbten Proben. Weiters war bei ungekerbten Proben zu beobachten, dass die Hochlage des temperaturabhängigen Verlauf von Bruchenergie und Verformungsenergie immer erst bei „No Break“ Bruchtypen eindeutig erreicht worden ist. Im Vergleich dazu war bei allen gekerbten Versuchen der Übergangsbereich dahingehend ersichtlich, dass das Ende der Tieflage durch „Partial Break“ Bruchtypen nach ISO 179-1 Auswertung erreicht wurde. Den Beginn der Hochlage konnte bei allen Werkstoffen mit Ausnahme von PP(C)-T20, der noch keine stabile Hochlage erreichte hatte, durch „Partial Break“ Bruchtypen der ISO 179-2 Auswertung eruiert werden. In **Abb. 4.48** sind diese Änderungen des Bruchtyps zu Teilbrüchen bei den Werkstoffen PP(H) und PP(E)-T10 dargestellt.

Bei ungekerbten Versuchen war dieser Übergang im Vergleich zu den gekerbten Proben mit viel höheren Sprüngen der Bruchenergien aber auch der Bruchverformungen verbunden. Ein weiteres interessantes Detail zeigte die Auswertung der Verformungen am Kraftmaximum bei ungekerbten Versuchen. Mit Ausnahme vom PP(H), welches einen sprunghaften Anstieg im Übergangsbereich aufwies, zeigten die beiden anderen Materialien nahezu konstante Werte. Bei den gekerbten Prüfkörpern wiederum waren konstant leichte Anstiege in den Verformungen nachweisbar.

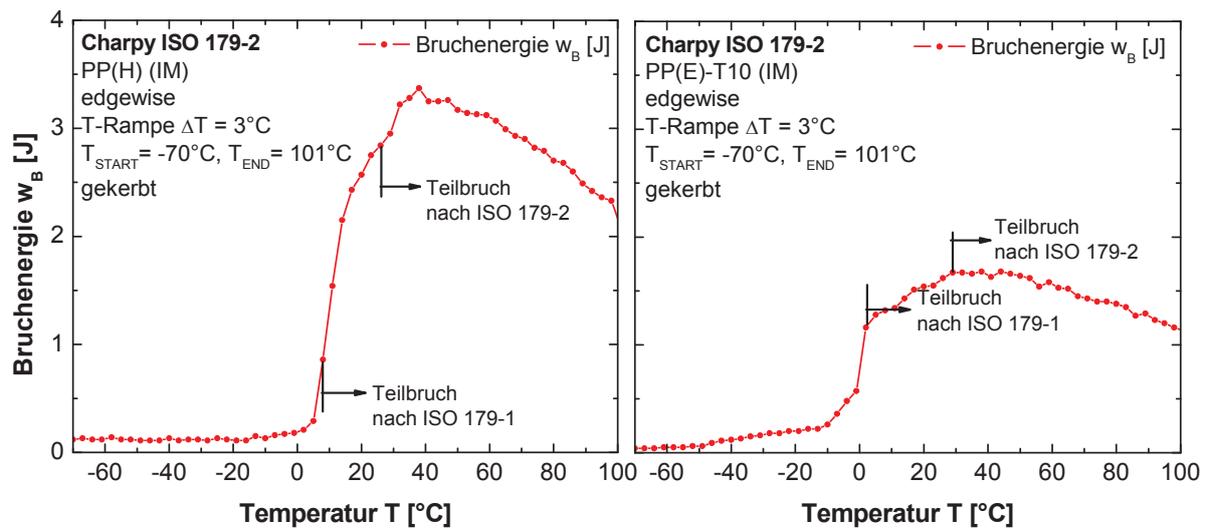


Abb. 4.48: Einfluss von Kerben: Änderung des Bruchtyps mit der Temperatur

Durchstoßprüfung

Die Ergebnisse der Durchstoßversuche ergaben weitaus weniger Korrelationen im Vergleich zu den Schlagbiegeprüfungen. Allgemein war zu beobachten, dass ungekerbte Prüfkörper großteils niedrigere Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen als gekerbte aufwiesen, wobei jedoch einige Versuchreihen diesen Trend nicht folgten. Die längs und quer gekerbten Prüfungen wiesen allgemein höhere Übergangstemperaturen auf. Aufgrund der Orientierungen aus dem Spritzgussprozess hatten wiederum die quer gekerbten Prüfkörper einen höheren Übergang im Vergleich zu den längs gekerbten Proben. Einzig bei kreisförmig gekerbten Versuchen ergab die Auswertung ein interessantes Verhalten im Übergangsbereich. Dabei wurde bei allen Werkstoffen festgestellt, dass ab einer gewissen Temperatur die Kerbe keinerlei Einfluss auf das Versagensverhalten mehr hatte, und die Probekörper zeigten im Messwert und Bruchbild nahezu identische Ergebnisse wie bei ungekerbten Versuchen. Weiters wurde beobachtet, dass der Werkstoff unterschiedliche Versagensmuster in Abhängigkeit der Herstellungsart aufwies, welche bei PP(H) am besten zu erkennen war. Die Miteinbeziehung von gepressten Probekörpern war eine Schlussfolgerung aus den spritzgegossenen PP(H) Prüfungen, die bei längs und quer gekerbten Versuchen mit diesem Material unterschiedliche Ergebnisse zu beobachten waren. (In dieser Arbeit sind auch Versuchsreihen mit gepressten Probekörpern von PP(E)-T10 und PP(C)-T20 Materialien durchgeführt worden. Aufgrund des großen Auswertungsaufwandes wurden nur die PP(H) Ergebnisse in dieser Arbeit berücksichtigt).

Die einzige weitere Korrelation bei allen Materialien war der Verlauf der Maximalkraft über der Temperatur. Bei ungekerbten und kreisförmig gekerbten Versuchen ergab der Verlauf über der Temperatur ein Maximum im Bereich des Überganges. Bei den gekerbten Versuchen war hingegen keine Veränderung des Verlaufes zu erkennen. Die Kraftwerte stagnierten und nach dem Erreichen der Hochlage, bezogen auf die Durchstoßenergien, sanken diese leicht ab. In **Abb. 4.49** sind der den Verlauf der Maximalkraft über der Temperatur von PP(H) Spritzguss- und Pressproben dargestellt.

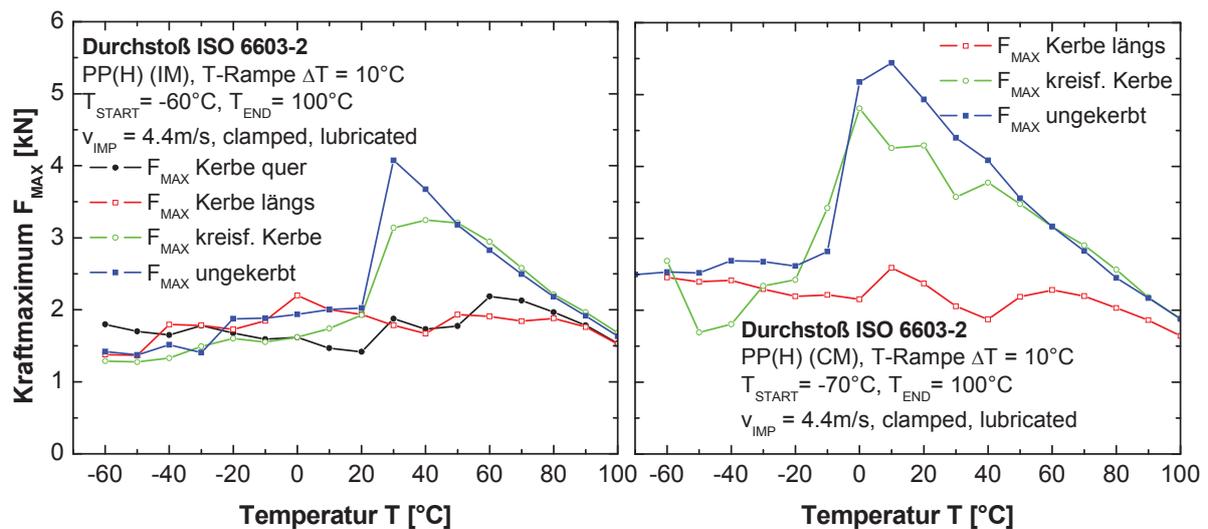


Abb. 4.49: Einfluss von Kerben: Verlauf der Maximalkraft über der Temperatur von PP(H) Spritzguss- und Pressproben

Interessanterweise verhielten sich die Kraftwerte der kreisförmig gekerbten Proben ähnlich die der ungekerbten Proben, obwohl im Verlauf der Durchstoßenergie bzw. Gesamtverformung keine Ähnlichkeiten aufschienen. Die längs und quer gekerbten Probekörper wiesen im Gegensatz nahezu konstante Verhältnisse auf. Kreisförmige Kerben dürften bei PP(H)-Proben somit die Lage des Spröd/Zäh-Überganges hin zu höheren Temperaturen verschieben. In **Abb. 4.50** sind die Verläufe der Kraftmaxima von PP(E)-T10 und PP(C)-T20 Probekörper über der Temperatur dargestellt.

Die kreisförmig gekerbten Versuche wiesen erneut ähnliche Verläufe im Vergleich zu ungekerbten Versuchen auf. Bei den längs und quer gekerbten Prüfkörpern war wiederum ein nahezu konstantes Niveau der Kraftmaxima über der Temperatur zu erkennen.

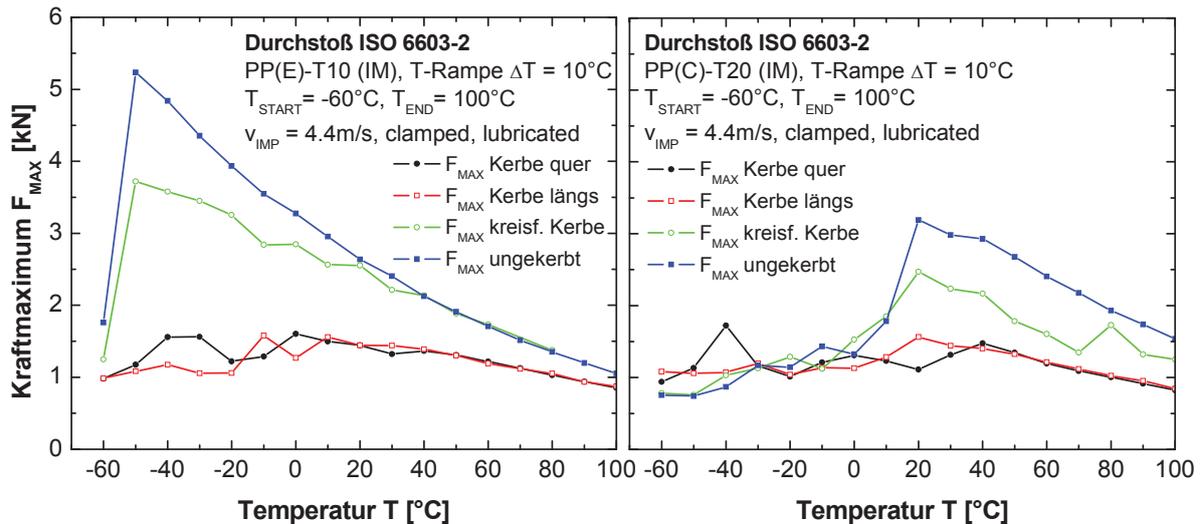


Abb. 4.50: Einfluss von Kerben: Verlauf der Maximalkraft über der Temperatur von PP(E)-T10 und PP(C)-T20 Spritzgussproben

4.3 Quantitative vs. qualitative Charakterisierung des Spröd/Zäh-Übergangsbereiches nach ISO-Normen

Aufgrund dieses Umstandes, dass die Ergebnisse der Übergangstemperatur bestimmt aus Schlagzähigkeits- bzw. Durchstoßenergien und Bruch- bzw. Gesamtverformung nicht bei jedem Werkstoff korrelierende Ergebnisse lieferten, wurden noch weitere Methoden aufgegriffen, um diesen Übergang näher zu charakterisieren. Dazu wurde für die Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs das gesamte Übergangsgebiet qualitativ bewertet. Somit war eine objektivere Beurteilung des Werkstoffes bezüglich seiner mechanischen Eigenschaften möglich. Diese Methode diente jedoch nicht zur weiteren Eruiierung einer bestimmten Übergangstemperatur, sondern sie sollte rein auf den Bereich hinweisen, indem dieser Übergang stattfand. Somit konnte ein Übergangsbereich definiert werden, indem die Versagensart von Sprödbruch zu plastischen Deformationen hin wechselt. Diese Auswertemethodik wurde nur an jenen Versuchen durchgeführt, welche in den zugrundeliegenden Normen beschrieben sind. Diese Versuche waren ungekerbte und gekerbte Schlagbiegeprüfung sowie ungekerbter Durchstoßversuch. Somit konnte nachgewiesen werden, inwieweit die Vorgaben der Normen bei der Findung einer Spröd/Zäh-Übergangstemperatur anwendbar sind.

4.3.1 Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs durch Auswertung der Übergangsbreite

Der Übergangsbereich bezeichnet in dieser Auswertemethode die Grenzen der Hoch- und Tieflage bei der Bestimmung einer Spröd/Zäh-Übergangstemperatur. In dieser Methode wurden einerseits diese Bereiche aus den Verläufen von Schlagzähigkeiten bzw. Durchstoßenergien und Bruch- bzw. Gesamtverformungen bestimmt. Andererseits wurden in weiteren Auswertungen die Beurteilung der Bruchbilder und Messkurven herangezogen und der Übergangsbereich zwischen reinen Sprödbrüchen und duktilen Versagen durch Fließen bestimmt

Die so eruierten Daten wurden mit den Ergebnissen der ermittelten Übergangstemperaturen aus Schlagzähigkeiten bzw. Durchstoßenergien und Bruch- bzw. Gesamtverformungen verglichen. Somit konnte eine Verbindung zu den Auswerteparametern hergestellt werden, da die Beurteilung von Bruchbildern und Messkurven rein auf „visuelle“ Merkmale basierte. Durch diesen Vergleich der Lage der ermittelten Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen mit den angegebenen Bandbreiten des Übergangsbereichs wurde auch deutlich, wie abhängig die Bestimmung einer Übergangstemperatur vom richtigen Abschätzen der Grenzen von Hoch- und Tieflage ist.

(a) Werkstoff PP(H)

Bei den Versuchen mit spritzgegossenen Versuchen wurde deutlich, wie sehr das Kriterium zur Bestimmung der Übergangstemperatur abhängig von der Sichtweise für die Beurteilung von Hoch- und Tieflage war. In dieser Darstellungsweise erkannte man die Bedeutung dieses Instruments zur Bestimmung der Übergangstemperatur.

Die Auswertung und Gegenüberstellung von Übergangstemperaturen und Übergangsbereichen ergab für die spritzgegossenen PP(H) Versuche interessante Beziehungen. **Tabelle 4.6** zeigt sämtliche Ergebnisse dieser Analyse, die in **Abb. 4.51** grafisch dargestellt sind. Bei den ungekerbten Schlagbiegeprüfungen ergab dieser Vergleich eine nahezu konstante Abgrenzung des Übergangsbereichs hinsichtlich des Beginns der Hochlage. Sämtliche Auswertungen lieferten gleiche Temperaturwerte für die Obergrenze des Übergangsbereichs. Ebenfalls war zu beobachten, dass die Übergangstemperaturen bestimmt aus Schlagzähigkeit bzw. Durchstoßenergie und Bruch- bzw. Gesamtverformung mit den definierten Methoden zur Übergangsbestimmung aus Abschnitt 3.4 ebenfalls im oberen Bereich dieses Übergangsrahmen anzufinden waren. Sämtliche Prüfkörper wiesen in Hochlage bei der Kurven- und

Bruchbildauswertung keinen Bruch auf. Im Vergleich dazu hatten bei den gekerbten Schlagbiegeprüfungen sämtliche Auswertemethoden nahezu konstante Werte der unteren Übergangsbereichsgrenze. Die ermittelten Übergangstemperaturen waren ebenfalls im unteren Bereich dieses Übergangsrahmens anzufinden. Sämtliche Prüfkörper wiesen in Hochlage Teilbrüche auf.

Tabelle 4.6: Spröd-Zäh-Übergangsbestimmung im Vergleich von Übergangstemperatur und Übergangsbereich von ungekerbter und gekerbter Schlagbiegeprüfung und ungekerbtem Durchstoßversuch mit PP(H) (IM)

PP(H) (IM) Spröd/Zäh-Übergang: Temperatur $T_{S/Z}^{E,s}$ [°C] Temperaturbereich $T_{S/Z}^{U,O}$ [°K]		Charpy		Durchstoß
		ungekerbt	gekerbt	ungekerbt
Schlagzähigkeit	$T_{S/Z}^E$	-5	12	15
Durchstoßenergie				
Bruchverformung	$T_{S/Z}^s$	-5	15	5
Gesamtverformung				
Übergangsbereich	$T_{S/Z}^U(w_B, E_{GES})$	-22	5	-30
Energie (w_B, E_{GES})	$T_{S/Z}^O(w_B, E_{GES})$	2	32	30
Übergangsbereich	$T_{S/Z}^U(s_B, s_{GES})$	-19	5	-30
Verformung (s_B, s_{GES})	$T_{S/Z}^O(s_B, s_{GES})$	2	37	10
Messkurven- beurteilung	$T_{S/Z}^O(KA)$	-13	2	0
	$T_{S/Z}^U(KA)$	2	26	40
Bruchbild- beurteilung	$T_{S/Z}^O(BB)$	-4	5	0
	$T_{S/Z}^U(BB)$	2	8	40

Bei den ungekerbten Durchstoßprüfungen konnte keine allgemeine Korrelation festgestellt werden. Die Auswertungen der Übergangsbereiche von Messkurven und Bruchbilder ergab gleiche Ergebnisse. Der Übergangsbereich von Durchstoßenergie und Gesamtverformung war durch eine gleiche untere Temperaturgrenze gekennzeichnet. Sämtliche Probekörper wiesen beim Erreichen der Hochlage Fließversagen auf.

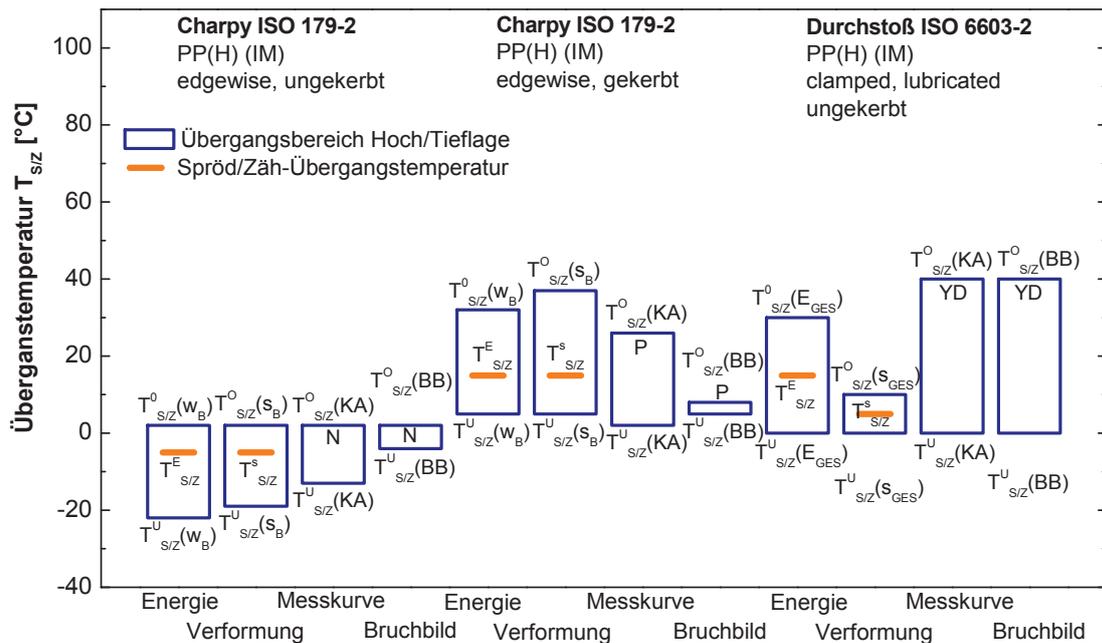


Abb. 4.51: Spröd-Zäh-Übergangsbestimmung im Vergleich von Übergangstemperatur und Übergangsbereich von ungekerbter und gekerbter Schlagbiegeprüfung und ungekerbtem Durchstoßversuch mit PP(H) (IM) Proben

Im Vergleich von ungekerbter und gekerbter Schlagbiegeprüfung wurde der Kerbeinfluss auf die Übergangstemperatur deutlich. Die Übergangsbereiche unterschieden sich deutlich voneinander. Somit konnten unterschiedlichen Übergangstemperaturen zwischen gekerbter und ungekerbter Prüfung erneut nachgewiesen werden. Die Durchstoßprüfung zeigte hinsichtlich Vergleichbarkeit zu den Schlagbiegeprüfungen eine gewisse Korrelation zu den gekerbten Versuchen. Sowohl die Übergangstemperaturen als auch die Übergangsbereiche lagen nahe denen der gekerbten Schlagbiegeprüfungen.

Die Auswertung und Gegenüberstellung von Übergangstemperaturen und Übergangsbereichen ergab für die gepressten PP(H) Versuche interessante Beziehungen. **Tabelle 4.7** zeigt sämtliche Ergebnisse dieser Analyse, die in **Abb. 4.52** grafisch dargestellt sind. Wiederum waren ähnliche Verhältnisse in Analogie zu den spritzgegossenen Versuchen ersichtlich. Die ungekerbten Prüfkörper wiesen ebenfalls eine konstante Abgrenzung zur Hochlage auf. Sämtliche Auswertungen ergaben gleiche obere Temperaturgrenzen im Übergangsbereich. Die Auswertung der Übergangstemperaturen aus Schlagzähigkeit bzw. Durchstoßenergie und Bruch- bzw. Gesamtverformung ergab erneut eine Lage im oberen Übergangsbereich. Sämtliche Probekörper wiesen in der Messkurven- und Bruchbildanalyse keinen Bruch in Hochlage auf. Im Vergleich dazu ergab die Auswertung der gekerbten PP(H) Schlagbiegeprüf-

fungen eine konstante Abgrenzung zur Tieflage hin. Die untere Temperaturgrenze des Übergangsbereiches hatte identische Temperaturen. Wiederum waren die Übergangstemperaturen, bestimmt aus Energien und Verformungen, im unteren Bereich zu finden. Die Auswertung der Messkurven und Bruchbilder ergab erneut Teilbrüche als Versagenstypus.

Tabelle 4.7: Spröd-Zäh-Übergangsbestimmung im Vergleich von Übergangstemperatur und Übergangsbereich von ungekerbter und gekerbter Schlagbiegeprüfung und ungekerbtem Durchstoßversuch mit PP(H) (CM)

PP(H) (CM) Spröd/Zäh-Übergang: Temperatur $T_{S/Z}^{E,s}$ [°C] Temperaturbereich $T_{S/Z}^{U,O}$ [°K]		Charpy		Durchstoß
		ungekerbt	gekerbt	ungekerbt
Schlagzähigkeit Durchstoßenergie	$T_{S/Z}^E$	15	25	5
Bruchverformung Gesamtverformung	$T_{S/Z}^s$	25	30	5
Übergangsbereich Energie (w_B, E_{GES})	$T_{S/Z}^U(w_B, E_{GES})$	-20	10	-10
	$T_{S/Z}^O(w_B, E_{GES})$	30	60	10
Übergangsbereich Verformung (s_B, s_{GES})	$T_{S/Z}^U(s_B, s_{GES})$	-10	10	-10
	$T_{S/Z}^O(s_B, s_{GES})$	30	70	10
Messkurven- beurteilung	$T_{S/Z}^O(KA)$	-10	10	0
	$T_{S/Z}^U(KA)$	30	80	10
Bruchbild- beurteilung	$T_{S/Z}^O(BB)$	20	10	0
	$T_{S/Z}^U(BB)$	30	20	10

Die Ergebnisse der Durchstoßprüfung wiesen gewisse Ähnlichkeiten zu ungekerbten Schlagbiegeversuchen auf. Sämtliche Auswertungen der Durchstoßversuche ergaben identische Obergrenzen des Übergangsbereichs. Auch die Übergangstemperaturen lagen im oberen Bereich des Spröd/Zäh-Übergangsbereichs. In Analogie zu den spritzgegossenen Probekörpern wiesen die Messkurven und Bruchbildbeurteilungen sämtlicher Versuche Fließversagen in Hochlage auf.

Im Vergleich von ungekerbter und gekerbter Charpy-Prüfung wurde ein geringerer Kerbeeinfluss auf die Übergangstemperatur ersichtlich. Die Übergangsbereiche unter-

schieden sich einerseits, jedoch lagen die eruierten Übergangstemperaturen von gekerbten und ungekerbten Versuchen auf ähnlichem Niveau. Auffallend waren die zum Teil sehr großen Übergangsbreiten, welche nicht nur auf die verwendeten Auswertemethoden zurückzuführen waren. Weiters wurden die Ergebnisse von spritzgegossenen und gepressten Versuchen verglichen. Bei allen Auswertemethoden von gepressten, ungekerbten Schlagbiegeversuchen wurde eine Verschiebung der oberen Grenzen der Übergangsbereiche hin zu höheren Temperaturen festgestellt. Weiters war zu beobachten, dass die unteren Temperaturgrenzen der Übergangsbereiche bei allen Auswertemethoden sowohl mit spritzgegossenen als auch mit gepressten Proben auf selben Niveau lagen. Bei den Durchstoßversuchen war ebenfalls eine Verschiebung zu beobachten. Bei gepressten PP(H) Proben waren geringere Übergangsbreiten zu beobachten, welche im Schnitt bei tieferen Temperaturen angesiedelt waren.

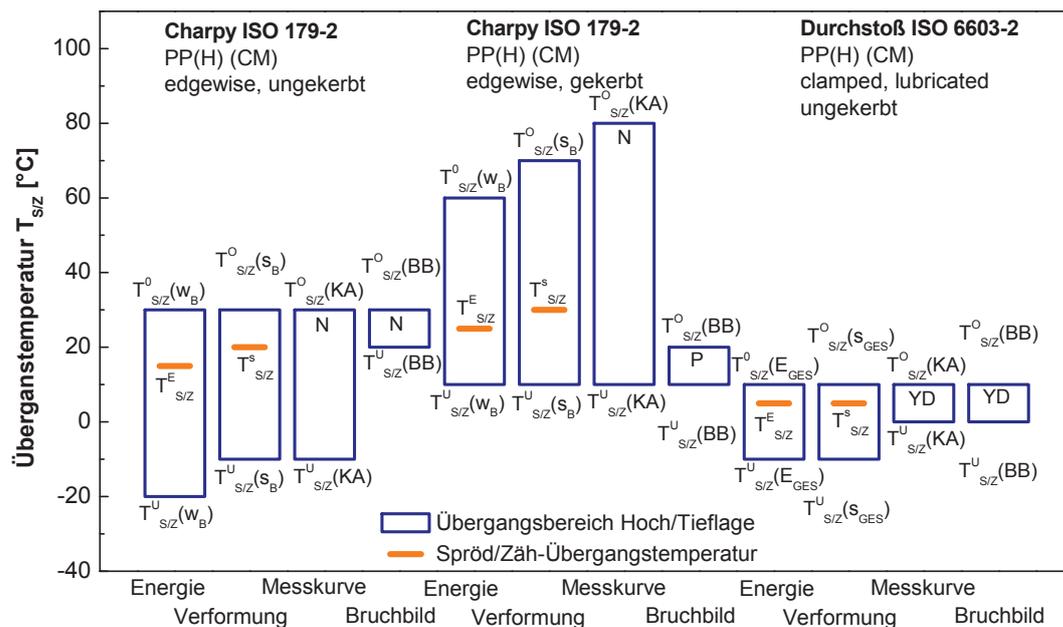


Abb. 4.52: Spröd-Zäh-Übergangsbestimmung im Vergleich von Übergangstemperatur und Übergangsbereich von ungekerbter und gekerbter Schlagbiegeprüfung und ungekerbtem Durchstoßversuch mit PP(H) (CM) Proben

(b) Werkstoff PP(E)-T10

Die Auswertung und Gegenüberstellung von Übergangstemperaturen und Übergangsbereichen ergab für die spritzgegossenen PP(E)-T10 Versuche interessante Beziehungen. **Tabelle 4.8** zeigt sämtliche Ergebnisse dieser Analyse, die in **Abb. 4.53** grafisch dargestellt sind. Auch bei diesem Werkstoff wurden bei ungekerbten

Schlagbiegeversuchen ähnliche Verhaltensmuster beobachtet. Sämtliche Versuche zeigten erneut nahezu konstante Temperaturgrenzen im oberen Übergangsbereich. Im Unterschied dazu lagen die Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen jedoch im unteren Schnitt des Übergangsbereichs. Sämtliche Probekörper der Messkurven- und Bruchbildanalyse wiesen in Hochlage keinen Bruch auf. Die Ergebnisse von gekerbten Prüfungen zeigten in Analogie zum PP(H) ebenfalls eine ähnliche Untergrenze des Übergangsbereichs unabhängig von der Auswertemethode. Die Übergangstemperaturen befanden sich ebenso im unteren Übergangsfenster. Desweiteren ergab die Auswertung der Messkurven und Bruchbilder Teilbrüche als Versagensart.

Tabelle 4.8: Spröd-Zäh-Übergangsbestimmung im Vergleich von Übergangstemperatur und Übergangsbereich von ungekerbter und gekerbter Schlagbiegeprüfung und ungekerbtem Durchstoßversuch mit PP(E)-T10 (IM)

PP(E)-T10 (IM) Spröd/Zäh-Übergang: Temperatur $T_{S/Z}^{E,s}$ [°C] Temperaturbereich $T_{S/Z}^{U,O}$ [°K]		Charpy		Durchstoß
		ungekerbt	gekerbt	ungekerbt
Schlagzähigkeit	$T_{S/Z}^E$	-40	0	-55
Durchstoßenergie				
Bruchverformung	$T_{S/Z}^s$	-30	5	-45
Gesamtverformung				
Übergangsbereich	$T_{S/Z}^U(w_B, E_{GES})$	-46	-10	-60
Energie (w_B, E_{GES})	$T_{S/Z}^O(w_B, E_{GES})$	-4	14	-30
Übergangsbereich	$T_{S/Z}^U(s_B, s_{GES})$	-46	-7	-60
Verformung (s_B, s_{GES})	$T_{S/Z}^O(s_B, s_{GES})$	-7	29	-30
Messkurven-	$T_{S/Z}^O(KA)$	-49	-10	-50
beurteilung	$T_{S/Z}^U(KA)$	-7	29	-20
Bruchbild-	$T_{S/Z}^O(BB)$	-25	-1	-40
beurteilung	$T_{S/Z}^U(BB)$	-4	2	-10

Der Durchstoßversuch wies im Vergleich zur Charpy-Prüfung keine Korrelationen auf. Die Übergangsbereiche lagen ebenso wie die eruierten Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen bei tieferen Temperaturen. Die Auswertung der Messkurven und Bruchbilder ergab eine Verschiebung der Übergangsbereiche hin zu höheren

Temperaturen bei gleicher Übergangsbreite. Sämtliche Probekörper wiesen beim Erreichen der Hochlage Fließversagen auf.

Im Vergleich von ungekerbter und gekerbter Schlagbiegeprüfung wurde erneut der Kerbeinfluss auf die Übergangstemperatur deutlich. Somit konnte die unterschiedliche Lage des Spröd/Zäh-Überganges zwischen gekerbter und ungekerbter Prüfung auch mit dieser Auswertemethodik nachgewiesen werden.

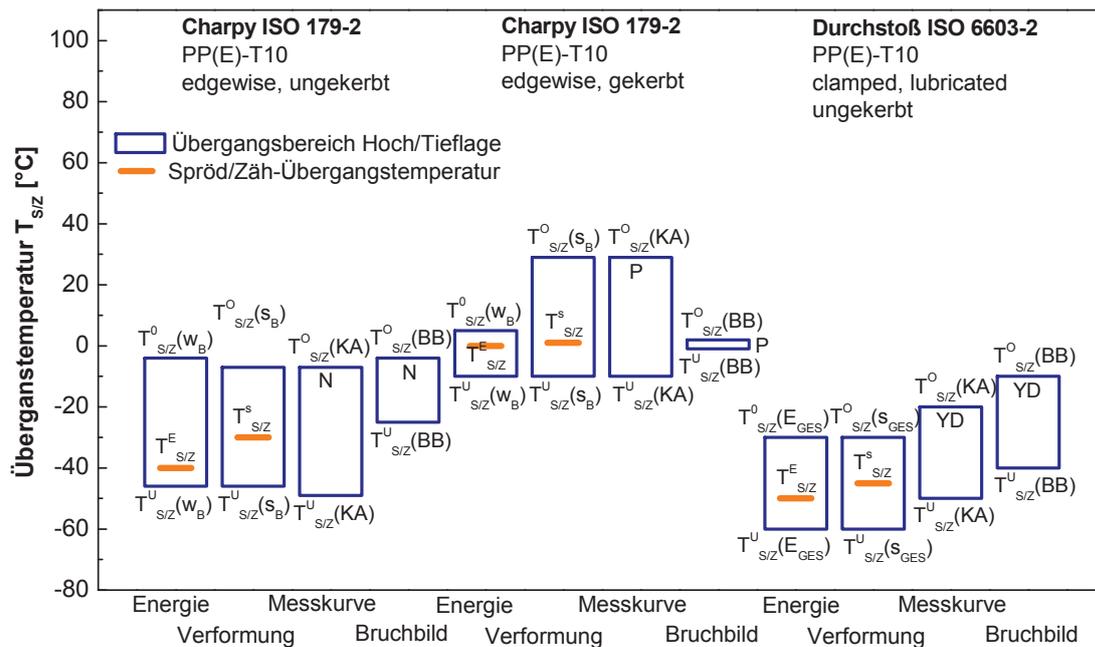


Abb. 4.53: Spröd-Zäh-Übergangsbestimmung im Vergleich von Übergangstemperatur und Übergangsbereich von ungekerbter und gekerbter Schlagbiegeprüfung und ungekerbtem Durchstoßversuch mit PP(E)-T10 Proben

(c) Werkstoff PP(C)-T20

Die Auswertung und Gegenüberstellung von Übergangstemperaturen und Übergangsbereichen ergab für die spritzgegossenen PP(C)-T20 Versuche interessante Beziehungen. **Tabelle 4.9** zeigt sämtliche Ergebnisse dieser Analyse, die in **Abb. 4.54** grafisch dargestellt sind.

In Analogie zu den ersten beiden Werkstoffen wurde auch in dieser Analyse von ungekerbten Schlagbiegeprüfungen erneut eine Ausbildung einer nahezu konstanten oberen Temperaturgrenze des Übergangsbereichs festgestellt. Die eruierten Übergangstemperaturen lagen im oberen Bereich dieser Übergangsfenster. Bei den ungekerbten Prüfungen wurden in der Messkurven- und Bruchbildauswertungen keine Brüche festgestellt. Im Vergleich dazu hatten bei den gekerbten Schlagbiegeprüfungen sämtliche Auswertemethoden nahezu konstante Werte der unteren Temperatur-

grenze des Übergangsbereichs. Die Bestimmung einer oberen Bereichsgrenze war aufgrund einer maximalen Heiztemperatur von 100°C nicht möglich, da sich dieser Werkstoff noch nicht in einer stabilen Hochlage befand. Somit war auch eine Auswertung der Messkurven und Bruchbilder nur zum Teil möglich. Die Messkurvenauswertung ergab Zähbrüche als Versagensart, die Bruchbilder zeigten Teilbrüche.

Tabelle 4.9: Spröd-Zäh-Übergangsbestimmung im Vergleich von Übergangstemperatur und Übergangsbereich von ungekerbter und gekerbter Schlagbiegeprüfung und ungekerbtem Durchstoßversuch mit PP(C)-T20 (IM)

PP(C)-T20 (IM) Spröd/Zäh-Übergang: Temperatur $T_{S/Z}^{E,s}$ [°C] Temperaturbereich $T_{S/Z}^{U,O}$ [°K]		Charpy		Durchstoß
		ungekerbt	gekerbt	ungekerbt
Schlagzähigkeit	$T_{S/Z}^E$	44	85	25
Durchstoßenergie				
Bruchverformung	$T_{S/Z}^s$	56	85	35
Gesamtverformung				
Übergangsbereich	$T_{S/Z}^U(w_B, E_{GES})$	-7	68	0
Energie (w_B, E_{GES})	$T_{S/Z}^O(w_B, E_{GES})$	62	100	50
Übergangsbereich	$T_{S/Z}^U(s_B, s_{GES})$	17	68	0
Verformung (s_B, s_{GES})	$T_{S/Z}^O(s_B, s_{GES})$	62	101	60
Messkurven-	$T_{S/Z}^O(KA)$	2	59	30
beurteilung	$T_{S/Z}^U(KA)$	62	62	60
Bruchbild-	$T_{S/Z}^O(BB)$	44	62	50
beurteilung	$T_{S/Z}^U(BB)$	62	65	70

Der Durchstoßversuch zeigte gewisse Korrelationen zu ungekerbten Versuchen. Die oberen Temperaturgrenzen der Übergangsbereiche hatten ähnliche Niveaus. Sämtliche Probekörper wiesen beim Erreichen der Hochlage Fließversagen auf.

Im Vergleich von ungekerbten und gekerbten Charpy-Prüfung wurde bei diesem Werkstoff der Kerbeinfluss deutlich. Die eruierten Übergangstemperaturen variierten deutlich zwischen diesen beiden Prüfmethoden. Weiteres Indiz für eine gewisse Kerbempfindlichkeit waren die Bandbreiten der Übergangsbereiche, welche bei den gekerbten Versuchen niedriger waren. Die ungekerbten Schlagbiegeversuche hatten

wie die Durchstoßversuche im Vergleich dazu relativ große Bandbreiten in den Übergangsbereichen aufzuweisen.

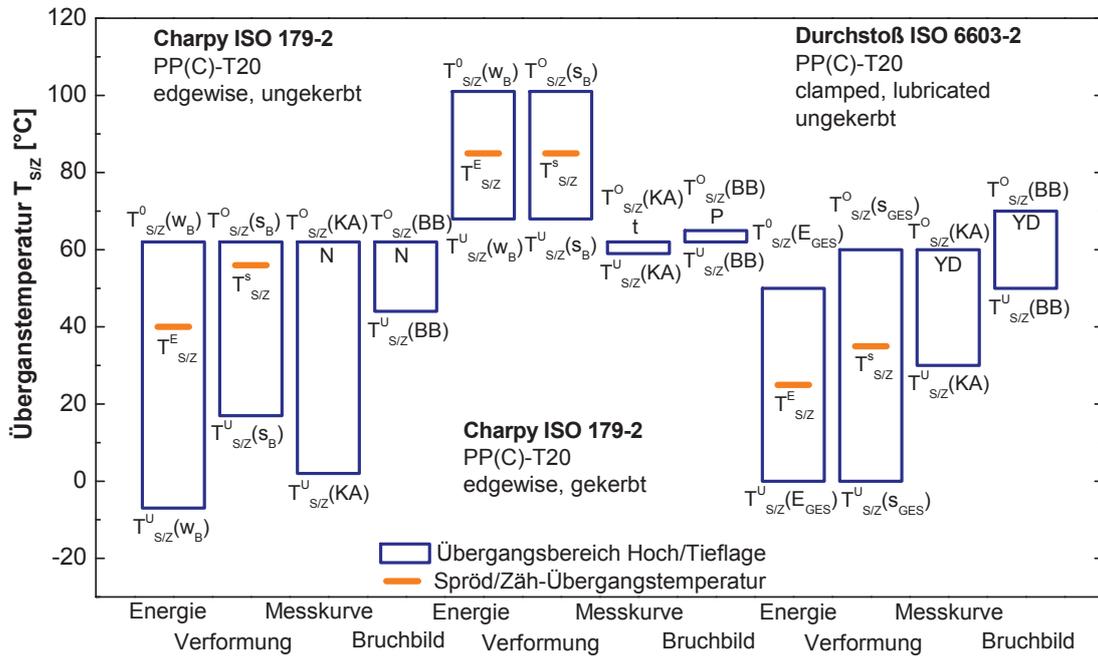


Abb. 4.54: Spröd-Zäh-Übergangsbestimmung im Vergleich von Übergangstemperatur und Übergangsbereich von ungekerbter und gekerbter Schlagbiegeprüfung und ungekerbtem Durchstoßversuch mit PP(C)-T20 Proben

5 Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

Auf Basis dieser Untersuchungen der gewählten quantitativen und qualitativen Kriterien zur Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs lassen sich nachfolgende Ergebnisse zusammenfassen.

Sämtliche quantitativen Methoden zur Bestimmung einer Spröd/Zäh-Übergangstemperatur der verwendeten Werkstoffe wiesen immer wieder Korrelationen auf, welche sich jedoch insgesamt zu keinem Gesamtkonzept für eine allgemeingültige Bestimmung der Übergangstemperatur zusammenfügten. Der Versuch, durch Bestimmungen der Übergänge aus den Parametern Energie und Verformung ein grundlegendes Charakteristikum zu finden, gelang insofern, da die Ergebnisse dieser beiden Auswertemethoden großteils identische Übergangsbereiche lieferte. Andererseits erbrachte die Auswertung der gekerbten Durchstoßversuche nach ISO Norm nicht immer die erwarteten Ergebnisse im Vergleich zu den Schlagbiegeversuchen. In diesen Auswertungen wurde aber die Kerbempfindlichkeit der verwendeten Werkstoffe deutlich sichtbar. Es ergaben sich aber sehr interessante Zusammenhänge bezüglich Kerbform und Übergangstemperatur. Bei linear gekerbten Probekörpern war nicht immer eine Erhöhung der Übergangstemperaturen zu beobachten. Die kreisförmig gekerbten Versuche ergaben in Hochlage nahezu identische Verläufe von Verformungen und Energien im Vergleich zu den ungekerbten Proben.

Aus diesem Grund wurde in weiteren Methoden versucht, nicht nur eine Übergangstemperatur zu eruieren, sondern den gesamten Übergangsbereich darzustellen. Diese Analyse wurde nach den entsprechenden ISO-Normen bei sämtlichen Schlagbiegeversuchen und bei der ungekerbten Durchstoßprüfung durchgeführt. Weiters wurden auch die qualitativen Bewertungen der Messkurven und Bruchbilder verwendet, um diesen Übergangsbereich zu beschreiben. Auch in diesem Falle ergaben sich einerseits interessante Korrelationen in den einzelnen Prüfmethoden, die auf gewisse Gemeinsamkeiten der verschiedenen Auswertemethoden hindeuteten. Weder bei den Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen noch bei den Übergangsbereichen konnten Übereinstimmungen festgestellt werden. Somit war in dieser gesamtheitlichen Betrachtung kein Grundkonzept zur Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs zu erkennen.

Dennoch konnte mit den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit das bestätigt werden, dass die Übergangstemperatur ein Instrument zur besseren Werkstoffcharakterisie-

rung darstellt. Vor allem bei instrumentierten Versuchen ist ein Studium der temperaturabhängigen Eigenschaften bestens möglich und erlaubt somit bei praxisgerechter Anwendung und Übersetzung dieser Ergebnisse in reale Belastungsfelder eine elegante Bewertung der Werkstoffeigenschaften.

In Bezug auf die verwendeten Methoden zur Bestimmung einer Übergangstemperatur bzw. eines Übergangsbereichs ist eine Vergleichbarkeit nur sehr schwer zu argumentieren. Trotz auftretender Korrelationen innerhalb bzw. zwischen den Prüf- und Auswertemethoden konnte nur vereinzelt auf ähnliche Verhaltensweisen hingewiesen werden. Als wesentliches Kriterium für die Übergangsbestimmung erwies sich dabei die richtige Auswertung des Übergangsbereiches hinsichtlich seiner Grenzen von Hoch- und Tieflage. Es wäre sinnvoll, bei einer Bestimmung des Spröd/Zäh-Übergangs sowohl die ermittelte Temperatur als auch den bestimmten Bereich anzugeben, um so einen Gesamteindruck dieser Veränderung zu erhalten und auf Anwendungsgrenzen hinzuweisen.

Die umfangreichen Prüfungen und die vorgenommenen Auswerteformalismen ergaben hinsichtlich der zentralen Fragestellungen nur folgende Antworten. Ein Vergleich der Spröd/Zäh-Übergangstemperaturen von Schlagbiege- und Durchstoßprüfungen ist aufgrund der unterschiedlichen Probekörpergeometrien und Belastungen nur unter besonderen Relationen möglich und sinnvoll. Der Einfluss und die Auswirkungen von Kerben auf das Ergebnis sollten immer in Anbetracht der verwendeten Prüfmethode analysiert werden. Weitere Analysen mit mehreren Materialien wären somit nötig, um eventuelle Korrelationen zu kennen. Auch eine nähere Untersuchung der kreisförmigen Kerben bei Durchstoßproben wäre von Bedeutung, um die besondere Versagensform in Hochlage (gleiche Durchstoßenergien und Verformungen wie ungekerbte) für eine Charakterisierung des Kerbeeinflusses zu beschreiben.

6 Literatur

- [1] A. van der Wal, J.J. Mulder, R.J. Gaymans (1998): Fracture of Polypropylene: 2. The effect of crystallinity, *Polymer* Vol. 39 No. 22, pp. 5477-5481
- [2] C. Grein, K. Bernreitner, A. Hauer, M. Gahleitner, W. Neißl (2003): Impact Modified Isotactic Polypropylene with Controlled Rubber Intrinsic Viscosities: Some New Aspects About Morphology and Fracture, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 87, 1702-1712
- [3] A. van der Wal, J. J. Mulder, J. Oderkerk, R.J. Gaymans (1998): Polypropylene-rubber blends: 1. The effect of the matrix properties on the impact behaviour, *Polymer* Vol. 39, No. 26, pp. 6781-6787
- [4] G. Maurer, B. von Berstorff, R. Richter, H. Breuer (1989): Charakterisieren von Polymerwerkstoffen im instrumentierten Durchstoßversuch, *Kunststoffe* Band 79, 1317-1322
- [5] A. van der Wal, R.J. Gaymans (1999): Polypropylene-rubber blends: 5. Deformation mechanism during fracture, *Polymer* 40, 6067-6057
- [6] Saechtling *Kunststofftaschenbuch* (2001), 28. Ausgabe von Karl Oberbach, Carl Hanser Verlag, Deutschland
- [7] B. Vincenzo, C. Roberta (2001): Microstructure of Polypropylene, *Prog. Polym. Sci.* 26, 443-533
- [8] B. Lotz, J.C. Wittmann, A.J. Lovinger (1996): Structure and morphology of poly(propylenes): a molecular analysis, *Polymer* Vol. 37 No. 22, pp. 4979-4992
- [9] G. W. Ehrenstein(1999): *Polymere Werkstoffe*, Carl Hanser Verlag 2. Auflage, Deutschland
- [10] G. Menges, E. Haberstroh, W. Michaeli, E. Schmachtenberg (2002): *Werkstoffkunde Kunststoffe*, 5. Auflage. Carl Hanser Verlag, Deutschland
- [11] N. Pasquini (Ed.) (2005): *Polypropylen Handbook*, 2nd Edition, Carl Hanser Verlag, Deutschland

- [12] V. Shah (2007): Plastic Testing and Failure Analyses, Third Edition, John Wiley & Sons, Inc.
- [13] P. Doshev (2006): Design and Structure-Property Relationship of Heterophasic Ethylene-Propylene Copolymers, Shaker Verlag, Aachen, Deutschland
- [14] W. Grellmann, S. Seidler (2005): Kunststoffprüfung, Carl Hanser Verlag, Deutschland
- [15] R. P. Brown (1981): Taschenbuch Kunststoffprüftechnik (dt. Übersetzung von Dr.-Ing. Bodo Carlowitz) Carl Hansa Verlag, Deutschland
- [16] H. Beerbaum (1999): Ermittlung strukturbezogener bruchmechanischer Werkstoffkenngrößen an Polyethylen-Werkstoffen, Dissertation Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Deutschland
- [17] Argon, R.E. Cohen (2003): Toughenability of Polymers, Polymer 44, 6013-6032
- [18] A. van der Wal, J.J. Mulder, H.A. Thijs, R.J. Gaymans (1998): Fracture of polypropylene: 1. The effect of molecular weight and temperature at low and high test speed, Polymer Vol. 39 No. 22, pp 5467-5475
- [19] C. Grein (2001): Relations entre la structure et les propriétés mécaniques de polypropylènes modifiés choc, Dissertation, Ecole Polytechnique federale de Lausanne, France
- [20] K. Friedrich (1983): crazes and Shear bands in Semi-Crystalline Thermoplastics, Advances in Polymer Science 52/53, Springer Verlag, 226-274
- [21] W. Grellmann, S. Seidler (1998): Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen, Springer Verlag, Deutschland
- [22] I. Kotter, W. Grellmann, T. Koch, S. Seidler (2006): Morphology-Toughness Correlation of Polypropylene/Ethylene-Propylene Rubber Blends, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 100, 3364-3371
- [23] W. Grellmann, S. Seidler, K. Jung, I. Kotter (2001): Journal of Applied Polymer Science, Vol. 79, 2317-2325

- [24] S.M. Zebarjad, R. Bagheri, S.M. Seyed Reihani, A. Lazzeri (2003): Deformation, Yield and Fracture of Elastomer-Modified Polypropylene, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 90, 3767-3779
- [25] G.-M. Kim, G.H. Michler, M. Gahleitner, J. Fiebig (1996): Relationship Between Morphology and Micromechanical Toughening Mechanisms in Modified Polypropylenes, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 60, 1391-1403
- [26] A. van der Wal, R. Nijhof, R.J. Gaymans (1999): Polypropylene-rubber blends: 2. The effect of the rubber content on the deformation and impact behaviour, *Polymer* 40, 6031-6044
- [27] W. Souheng (1985): Phase structure and adhesion in polymer blends: A criterion for rubber toughening, *Polymer* Vol. 26, 1855-1863
- [28] Jiang Wei, Yu Donghong, Binzheng Jiang (2004): Brittle-ductile transition of particle toughened polymers: influence of the matrix properties, *Polymer* 45, 6427-6430
- [29] Wei Jiang, Chang-hai Liu, Zhi-gang Wang, Li-jia An, Hao-jun Liang, Bing-zheng Jiang, Xue-hui Wang, Hui-xuan Zhang (1998): Brittle-tough transition in PP/EPDM blends: effects of interparticle distance and temperature, *Polymer* Vol. 39, No. 14, pp. 3285-3288
- [30] M. Raab, J. Kotek, J. Baldrian, W. Grellmann (1998): Toughness Profile in Injection-Molded Polypropylene: The Effect of the beta-Modification, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 69, 2255-2259
- [31] EN ISO 179-1 (2000): Plastics – Determination of Charpy impact properties – part 1: Non-instrumented impact test
- [32] EN ISO 179-2 (1997): Plastics – Determination of Charpy impact properties – part 2: Instrumented impact test
- [33] EN ISO 6603-2 (2000): Kunststoffe – Bestimmung des Durchstoßverhaltens fester Kunststoffe – Teil 2: instrumentierter Schlagversuch

-
- [34] G. Maurer, H. Breuer (1995): Instrumented Impact test - Influence of shape and material of the striking fin on the Force-time trace, Impact and Dynamic Fracture of Polymers and Composites,ESIS 19, Mechanical Engineering Publications, London
- [35] C.M. Tai, K.Y. Li Robert, C.N. Ng (2000): Impact behaviour of Polypropylene/polyethylene blends, Polymer Testing 19, 143-154